Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

176. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 5 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 13. SEPTEMBER 1960)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1960

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann, und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskriptes und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 176 — **Inhaltsverzeichnis** — (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Riemschneider, R., und K. Petzoldt, Manganorganische Verbindungen. 6. Mitteilung. Manganbestimmung in organischen Verbindungen 401

Korkisch, J., Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. VI. Methode zur Bestimmung von Zirkonium in Legierungen 403

Tewari, S. N., Detection of Reducing Sugars in Urine Specimens by Paperchromatography 406

Tewari, S. N., Paperchromatographic Analysis of Inks, Dyestuffs and Lipsticks and their Importance in Crime-Detection 408

Pulss, G., Eine einfache Mikrobestimmung der Phosphorsäure im Kjeldahlaufschluß von biologischem Material nach der Molybdat-Vanadat-Methode. Mit 1 Textabbildung 412

Kretz, R., Die Bestimmung höherer Alkoxylgruppen. Mit 1 Textabbildung 421

Hüser, R., K. Habfast und M. v. Bradke, Die Bestimmung der Stickstoff-Isotopenhäufigkeit im Ammoniakstickstoff. Mit 2 Textabbildungen 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Freie Universität Berlin, Berlin-Dahlem

Manganorganische Verbindungen

6. Mitteilung*

Manganbestimmung in organischen Verbindungen

Von

RANDOLPH RIEMSCHNEIDER und KARL PETZOLDT

(Eingegangen am 19. April 1960)

Mit dem Eintritt des Mangans in die organische Chemie entstand das Bedürfnis, dieses in organischen Verbindungen bisher kaum angetroffene Metall mit befriedigender Genauigkeit zu erfassen. Im einzelnen waren für die Erarbeitung des vorliegenden Verfahrens folgende Gründe maßgebend:

Erstens der Umstand, daß bei gleichzeitiger Gegenwart von Stickstoff und Mangan die Werte der Stickstoff- als auch der CH-Bestimmungen häufig weit von den berechneten abweichen, so daß zur analytischen Charakterisierung einer Substanz nur die Bestimmung des Mangangehalts verbleibt. Zweitens zeigen eine Reihe manganorganischer Verbindungen die Eigenschaft, bei der Oxydation im Verbrennungsrohr explosionsartig zu verpuffen, wodurch die Ergebnisse der Analysen stark beeinträchtigt werden. Und drittens erhält man nicht selten organische Mangankörper, deren geringe Stabilität eine sofortige Untersuchung erfordert und damit eine Methode bedingt, die unabhängig von spezialisierten Analyseninstituten ohne großen apparativen und zeitlichen Aufwand in jedem chemischen Labor durchgeführt werden kann.

Der Kern der Methode ist eine manganometrische Titration, wie sie in der anorganisch-quantitativen Analyse hinlänglich bekannt ist. Als geeignetes Oxydationsmittel erwies sich bei dem zu diskutierenden Verfahren Salpetersäure. Die Schwierigkeit liegt im verlustlosen Abbau der Verbindungen, die in Form der untersuchten Cyclopentadienyl-mangantricarbonyl-Komplexe* bei der Oxydation zum Teil zu explosionsartigem Verpuffen neigen, zum Teil aber auch schwer zersetzbar sind. Es zeigte sich, daß unterschiedliche Derivate ein und desselben Mangankomplexes dem oxydativen Abbau durch Salpetersäure eine unterschiedliche Stabilität entgegensetzen. Während viele Verbindungen schon bei gelindem Erwärmen mit einer Säure der Dichte 1,15 quantitativ abgebaut werden, müssen manche bis zur restlosen Zersetzung mehrmals mit Königswasser abgeraucht werden. Es ist daher vorteilhaft, sich vorher durch Reagens-

* 1. Mitt.: Dtsch. Bund Pat.-Anm. R 23693 IV b/12 σ vom 15. 7. 1958 und andere Anmeldungen; 2. Mitt.: Z. Naturforschg. **14b**, 348 (1959); 3. Mitt.: Chem. Ber. **92**, 3208 (1959).

glasversuche über die zweckmäßigste Säurekonzentration Klarheit zu verschaffen. Der Abbau ist quantitativ, wenn nach dem Abdampfen der überschüssigen Säure keine unzersetzten Substanzreste mehr erkennbar sind und die zurückgebliebenen Manganoxyde bei der anschließenden Reduktion mit schwefelsaurer Wasserstoffperoxyd-Lösung rückstandslos zu einer farblosen Mangansulfatlösung aufgelöst werden.

Die Verwendung der unten angegebenen Apparatur verhindert einen Substanzverlust durch Sprühen und ist weiterhin so gewählt, daß überschüssige Säure ohne allzu große Rückflußwirkung bequem abdestilliert werden kann.

Arbeitsvorschrift

Etwa 200—250 mg der zu analysierenden Substanz werden in einem 25 ml fassenden Spitzkolben mit 14,5-Schliff mit 5—10 ml Salpetersäure oder Königswasser versetzt. Nach Aufsetzen eines Aufsatzes nach ANSCHÜTZ, dessen gerader Schenkel mit einem Schliffstopfen verschlossen ist, wird der Kolben im Luftbad über dem Asbestnetz mit der leuchtenden Flamme eines Bunsenbrenners erhitzt. Nach kurzer Zeit ist die Verbindung meist oxydiert und die überschüssige Säure abgedampft. In die noch warme Apparatur werden dann durch den unverschlossenen Schenkel des Anschütz-Aufsatzes etwa 5 ml einer Mischung aus verd. Schwefelsäure und einigen Tropfen 30%igem Wasserstoffperoxyd geschüttet und gut durchgespült. Der schwarze Rückstand wird hierbei innerhalb weniger Sekunden restlos gelöst. Ist dies nicht der Fall, ist die Probe zu verwerfen.

Zur quantitativen Entfernung des unverbrauchten Wasserstoffperoxyds wird so lange eingeengt, bis die ersten $MnSO_4$-Kristalle ausfallen oder SO_3-Nebel auftreten. Erst dann ist eine Gewähr für seine Abwesenheit gegeben. Um mit einem Aufschluß mehrere Titrationen durchführen zu können, überspüle man die abgekühlte farblose $MnSO_4$-Lösung in einen 100 ml-Meßkolben und fülle mit dest. Wasser auf. Hiervon werden 20 ml in einen 1000 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 400 ml dest. Wasser abpipettiert, zur Abstumpfung des Säuregehalts setzt man eine ausreichende Menge aufgeschlämmtes Zinkoxyd zu und titriert in üblicher Weise in der Siedehitze mit 0,05 n $KMnO_4$-Lösung. Der Äquivalenzpunkt ist erreicht, wenn eine schwache Rosafärbung nach kräftigem Schütteln etwa 1 min bestehen bleibt.

Die Genauigkeit der Methode wird durch nachfolgende Beleganalysen veranschaulicht:

Substanz	Einwaage mg	% Mn Ber.	% Mn Gef.	Fehler in Absolut-%
$C_8H_5O_3Mn$	236,1	26,94	26,81	— 0,13
			26,99	+ 0,05
			26,98	+ 0,04
	252,0	26,94	27,22	+ 0,28
			27,01	+ 0,07
			26,92	— 0,02
$C_{10}H_7O_5Mn$	216,3	20,96	21,24	+ 0,28
			20,80	— 0,16
			20,98	+ 0,02
$C_9H_5O_5Mn$	240,8	22,15	21,93	— 0,22
			22,20	+ 0,05
			22,20	+ 0,05

Zusammenfassung

Es wird eine einfache Methode der Manganbestimmung in manganorganischen Verbindungen angegeben, bei der das durch Salpetersäure mineralisierte und mit Wasserstoffperoxyd reduzierte Mangan mit Kaliumpermanganatlösung titriert wird.

Der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* sei für die Förderung dieser im Jahre 1953 durchgeführten Untersuchungen bestens gedankt.

Prof. Dr. R. RIEMSCHNEIDER, Berlin-Charlottenburg 9, Bolivarallee 8

Aus dem Analytischen Institut der Universität Wien

Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums

VI. Methode zur Bestimmung von Zirkonium in Legierungen*

Von

J. KORKISCH

(Eingegangen am 28. April 1960)

In Fortführung der Arbeiten über den Ionenaustausch des Zirkoniums[5b–d] habe ich festgestellt, daß die zur Zirkoniumbestimmung in Silicatgesteinen beschriebene Methode mit gewissen Änderungen auch zur Analyse von Legierungen dienen kann. Das Zirkonium wird also aus natriumfluoridhaltiger 0,1 n Schwefelsäure als negativ geladener Fluoridkomplex an einem stark basischen Anionenaustauscher wie z. B. Amberlite IRA-400, Dowex 1 oder 2 angereichert, mit 4n Salzsäure eluiert und dann chelatometrisch unter Verwendung des Azofarbstoffes Solochrome Violet R bestimmt[5a]. Bei Anwesenheit von nur geringen Zirkoniummengen erfolgt dessen Endbestimmung auf spektrophotometrischem Wege[7] unter Verwendung desselben Farbstoffes als Reagens. Da die meisten zirkoniumhaltigen Legierungen jedoch auch mehr oder weniger große Mengen an störenden Elementen wie z. B. Wolfram, Molybdän usw. enthalten, ist es in vielen Fällen nicht möglich die Säulenoperation unmittelbar nach dem sauren Aufschluß der Legierung auszuführen, sondern es muß vorher noch ein wie früher bereits beschriebener Sodaaufschluß[5c] durchgeführt werden, um die Störionen vom Zirkonium zu trennen.

1. Lösungen, Reagentien und Apparaturen

Ionenaustauscher. Der stark basische Anionenaustauscher Dowex 1, X 8 (100 bis 200 mesh; Chloridform) wurde vor seiner Verwendung wie üblich gereinigt[9].

Lösungen. Die benutzten Lösungen [Zirkoniumstandardlösung, Natriumfluoridlösung, Aluminiumchloridlösung, Thoriumlösung, Farbstofflösung, ÄDTA-Lösung Schwefel-, Salzsäure-, Flußsäurelösungen, Zinn(II)-chloridlösung usw.] wurden hergestellt wie früher angegeben[5a–d,7].

* V. Mitteilung: KORKISCH, J., u. M. OSMAN: diese Z. **171**, 107 (1959/60).

Apparaturen. Die Trennungsoperationen wurden mit Ionenaustauschersäulen des schon schon mehrmals beschriebenen Typs[6,8] unter Einhaltung der dort angegebenen Dimensionen durchgeführt. An Stelle von Glaswolle, die durch saure Fluoridlösungen stark angegriffen würde, verwendet man reine Watte[5c]. Die spektrometrischen Messungen wurden mit einem Beckman-Spektrophotometer, Modell B, bei einer Wellenlänge von 560 nm unter Anwendung von 1 cm-Küvetten und einer blauempfindlichen Photozelle durchgeführt[5].

2. Arbeitsvorschrift zur Bestimmung von Zirkonium in Legierungen

Ein genau gewogener aliquoter Teil der Legierung der nicht weniger als 2 μg und nicht mehr als 10 mg Zirkonium enthalten darf, wird je nach Zusammensetzung der Legierung wie üblich[1] mit Mineralsäuren aufgeschlossen. Nach erfolgtem Aufschluß der Probe (Ungelöstes ist nicht abzufiltrieren) wird die erhaltene Lösung zur Trockne eingedampft, der Eindampfrückstand mit etwa der 6 bis 10fachen Menge an wasserfreiem Natriumcarbonat vermischt (Platinschale) und ein Sodaaufschluß durchgeführt[5c]. Dann wird wie früher[5c] bei der Silicatanalyse beschrieben weiter verfahren und die quantitative Bestimmung des Zirkoniums entweder spektrophotometrisch[7] oder titrimetrisch[5a] ausgeführt.

Es ist auch möglich, eine quantitative Bestimmung von Titan im perhydrolhaltigen Eluat wie dies an anderer Stelle[3] für die Titanbestimmung in Meeressedimenten und Meteoriten beschrieben wird, auf spektrophotometrischem Wege[4] auszuführen, wodurch beide Elemente in ein und derselben Einwaage bestimmt werden können.

Tabelle

Legierung	μg Zirkonium/g	μg Zirkonium/g nach Zusatz	Differenz in μg Zirkonium/g
Chrom-Nickelstahl	40	91	51
Chrom-Nickelstahl	30	82	52
Chrom-Nickelstahl	25	73	48
Chrom-Nickelstahl	20	67	47
Ferrosilicium*	200	250	50

* Der Zirkoniumgehalt dieser Legierung wurde, zum Unterschied von den bei den anderen Legierungen auf spektrophotometrischem Wege festgestellten Werten, durch Titration ermittelt.

Auf dem angegebenen Wege wurde der Zirkoniumgehalt von 5 Legierungen ermittelt. Die Genauigkeit der Methode sowie die Vollständigkeit der Aufschluß- und Trennungsoperationen wurde durch „Spiking" ermittelt, d. h. der 1 g-Einwaage der betreffenden Legierung wurden 50 μg Zirkonium zugesetzt, und dann wurde die Analyse ausgeführt.

Wie aus der Tabelle (Spalte 3) ersichtlich ist, konnten in allen Fällen durchaus befriedigende Ergebnisse erzielt werden, d. h. die zugesetzte Zirkoniummenge wurde als Differenz praktisch immer quantitativ wiedergefunden.

3. Einfluß von Fremdionen

Für den Einfluß von Fremdionen auf die spektrophotometrische Endbestimmung des Zirkoniums sowie dessen titrimetrische Bestimmung gilt das schon früher Gesagte[5a,7]. Die Ionenaustauschoperation wird nur

dann gestört, wenn zu große Titanmengen vorhanden sind (mehr als 12 mg Titan) wodurch eine Verdrängung des Zirkoniums von dem gleichzeitig als Fluoridkomplex adsorbierten Titan stattfinden kann. Die Einwaage ist daher so zu wählen, daß sie nicht mehr als die oben angegebene Titanmenge (am besten unter 10 mg) enthält, aber noch genug Zirkonium, damit dieses genau bestimmt werden kann. Sollte eine derartige Einstellung nicht möglich sein, d. h., wenn die Legierung ungewöhnlich viel Titan und nur sehr wenig Zirkonium enthält, so muß mit einer entsprechend größeren Säule gearbeitet werden[5c], die naturgemäß eine größere Kapazität für Titan und Zirkonium aufweist.

Zusammenfassung

Es wird eine rasche und genaue Methode zur Bestimmung von Zirkonium in Legierungen beschrieben, die sich an die früher beschriebene Bestimmungsmethode des Zirkoniums in Silicatgesteinen anlehnt. Nach aufeinanderfolgendem sauren und basischen Aufschluß des Probematerials wird das Zirkonium durch Adsorption als negativ geladener Fluoridkomplex am stark basischen Anionenaustauscher Dowex 1, X 8 von den seine Endbestimmung störenden Elementen getrennt. Die Elution des Zirkoniums wird mit 4n Salzsäure durchgeführt. Die quantitative Endbestimmung des Zirkoniums im Eluat kann dann je nach der vorhandenen Zirkoniummenge entweder auf chelatometrischem oder spektrophotometrischem Wege unter Verwendung des Azofarbstoffes Solochrome Violet R als Metallindicator oder als photometrisches Reagens ausgeführt werden.

Literatur

[1] Fresenius, W., u. G. Jander: Handbuch der analytischen Chemie. III. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden. Band IV. b. Elemente der vierten Nebengruppe. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer 1950. S. 170. — [2] Hillebrand, W. F., u. G. E. F. Lundell: Applied Inorganic Analysis, Wiley & Sons, New York 1929. — [3] Korkisch, J., u. G. Arrhenius: Analyt. Chemistry, im Druck. — [4] Korkisch, J., u. A. Farag: Mikrochim. Acta (Wien), **1958**, 659; vgl. diese Z. **169**, 142 (1959). — [5] Korkisch, J., u. A. Farag: diese Z. a) **165**, 6 (1959); b) **166**, 81 (1959); c) **166**, 170 (1959); d) **166**, 181 (1959). — [6] Korkisch, J., A. Farag u. F. Hecht: Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 415; vgl. diese Z. **168**, 61 (1959). — [7] Korkisch, J., u. M. Osman: diese Z. **171**, 107 (1959/60). — [8] Korkisch, J., M. R. Zaky u. F. Hecht: Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 485; vgl. diese Z. **161**, 396 (1958). — [9] Samuelson, O.: Ion Exchangers in Analytical Chemistry. New York: Wiley; Stockholm: Almqvist & Wiksell. 1953, S. 95.

Dr. J. Korkisch,
Analytisches Institut der Universität, Wien IX., Währinger Straße 38 (Österreich)

Detection of Reducing Sugars in Urine Specimens by Paperchromatography

By
SWARUP NARAIN TEWARI

(Received May 25, 1960)

The sugars which have so far been found in specimens of abnormal urine are few in number, viz xylose, ribose, glucose, galactose, fructose, sucrose, lactose and glucuronic acid, and it is rare to find more than four present in any particular case. Thus, the chromatographic analysis of urinary sugar presents little difficulty and identification may usually be completed after one way chromatography in the cylinders. KAWERAU[2] has described the chromatography of sugars found in urine by circular methods.

The interpretation of the sugar chromatograms of human urine does not present any difficulty as the clinical circumstances often restrict the search to a couple of sugars. For example, in pregnancy one is interested in the relative amounts of glucose and lactose that may be excreted; in suspected galactosaemia galactose must be identified and differentiated from glucose and in pentosuria one seeks to confirm the absence of glucose and to identify the pentose(s) in the urine.

The technique of paper chromatography is well suited to this problem. It is now replacing chemical methods such as those based on osazone formation.

A sheet of Whatman No. 1 filter paper is taken. The solutions of standard sugars and those of urine specimens are applied at points 2—3 cm apart at the bottom of the sheet on a line about 5 cm from the edge by means of a fine capillary pipette.

Standard aqueous solutions of xylose, fructose, glucose, sucrose, lactose and glucuronic acid were prepared. The amount of urine to be applied in each spot depends on the concentration of the reducing substance, which may be roughly estimated by the results of the qualitative Benedict test. If there is complete reduction, 0.005 ml of urine should be taken; if only slight reduction, 0.02 ml.

The solvents used for running the chromatograms are:

A. Isopropanol-water (40:10);
B. n-Butanol-pyridine-water (120:80:60);
C. n-Butanol-acetic acid-water (120:30:150);
D. Phenol-water (40:10).

Chromatograms of standard sugars were prepared by using different solvents and their R_f-values recorded in the Table. Location reagents for sugars were

naphthoresorcinol (X) benzidine (Y), anilinediphenylamine (Z)*. The dipping technique was used. The chromatograms were dried for about 5 minutes at a temperature of 90° to 95° C in a chromatographic hot case. Colours obtained with these reagents often keeps for a long time if they are preserved in dark and sandwiched between clean sheets of filter paper.

Table

Sugars	R_f-Values in Different Solvents				Colours in Reagents*		
	A	B	C	D	X	Y	Z
Xylose	—	0.52	0.53	0.43	B-Gy	Ch-Bn	Gy-Bn
Galactose	0.56	0.36	0.41	0.39	Y-Or	D-Bn	B
Glucose	0.61	0.41	0.43	0.37	Pink	D-Bn	B
Fructose	0.63	0.46	0.48	0.52	Red-Pk	D-Bn	Bn
Sucrose	0.55	0.38	0.39	0.34	Red-Pk	—	Bn
Lactose	0.37	0.22	0.33	0.34	Pink	D-Bn	B
Arabinose	—	—	0.47	0.54	Gy-G	—	Gy-Bn
Mannose	0.62	—	0.46	0.44	Y-Or	—	Gy-B
Raffinose	—	—	—	0.29	R-Pink	—	Gy-B

B = blue; Bn = brown; Ch = chocolate; Y = yellow; Or = orange; Gy = grey, G = green; D = dark.

Samples of urine were received from the Department of Paediatrics, Medical College, Agra for the detection of galactose from patients suspected of suffering from galactosaemia. They were analysed and the presence of galactose was established by chromatographic technique.

Galactose excretion in urine is a constant feature and present from birth i. e. as soon as the child receives a milk diet. The sugar can be found by chromatography. Occasionally, however, it is not possible to distinguish between glucose and galactose, but this problem may be easily overcome in the following way. Triplicate parallel chromatograms of the unknown are prepared but the first spot extra glucose is added and to the third extra galactose, if the unknown contains galactose the third spot will appear identical with it although deeper in colour and perhaps a

* *Colour Reagents*: X. 1:1 solution of 1% alcoholic naphthoresorcinol and 0.2 N hydrochloric acid and drying the chromatogram at 105° C.

Y a. Benzidine, 1 g in glacial acetic acid 40 ml
Trichloracetic acid 30 ml } 1 Vol.
Water 40 ml
b. Acetone 9 Vol.

All the sugars react on heating to 110° C to yield chocolate to dark brown spots on a light yellow back ground.

Z. Aniline, 1% (1 ml), plus diphenylamine, 1% in acetone 10 Vol.
Phosphoric acid, 85% 1 Vol.

After dipping, the chromatograms are heated to 95°—100° C for a few minutes when most sugars react to yield green, blue, for brown colours which may be used as a further aid to identification.

little larger, where as the first spot will be much larger in the direction of solvent flow and will, therefore, indicate that a mixture has been chromatographed.

Some times complicated spots are detected on the chromatograms prepared from the urines of the patients and appears to be due to the following factors:

1. Many drugs are excreted as glucuronides which respond to the usual location reagents.

2. Ingestion of a variety of fruits often results in the appearance of xylose and arabinose in the urine but this is easily confirmed by the examination of a further specimen taken a day after the removal of these fruits from the diet and

3. treatment with massive doses of ascorbic acid may result in the appearance of this compound, or closely related material, in the urine.

I am grateful to Dr. K. P. DIKSHIT, M. R. C. P., D. T. M. & H., D. C. H. (London). Reader in Paediatrics for the supply of urine specimens from the hospital and the keen interest taken during the investigation of the problem. I further express my thanks to Prof. M. G. CHAKRAVARTY, M. Sc., Ph. D (London)., D. I. C., F. R. I. C. Department of Biochemistry, Medical College, Agra for guidance and donation of authentic samples of sugars for the determination of R_f-values.

References

[1] HARRIS, G., and I. C. MACWILLIAM: Chem. and Ind. **1954**, 249; cf. Z. analyt. **143**, 449 (1954). — [2] KAWERAU, E.: Chromatographic Methods, 1956, I. No. 2.

Dr. S. N. TEWARI, 18/3 A, The Mall, Kanpur (U.P.) India

Paperchromatographic Analysis of Inks, Dyestuffs and Lipsticks and their Importance in Crime-Detection

By

SWARUP NARAIN TEWARI

(Received May 25, 1960)

In the examination of various forged and genuine writings, it becomes necessary to investigate many questions concerning the ink used on the document. E. g., if it is alleged that alterations have been made, it is advisable to compare the ink used in the undisputed original writing with that of the alleged alteration; if chemical examination shows that two different types of ink were used, the inference to be drawn is quite obvious. It is sometimes of great interest to learn whether or not a particular bottle of ink was used for the writings on two different documents. The forensic chemist is sometimes called to trace the source of the stains found on the clothings of the accused person. The relatively small amount

Table 1

Inks	Observations of zones in		R_f values x 100
	Day light	Ultra violet light	
a) Stephens gallic acid ink (6)	black	—	6.00
	blue	—	10.00
	yellow	—	15.30
	light yellow	—	20.00
	—	green	37.00
b) Stephens blue black ink	black	—	0.20
	deep blue	—	13.30
	light blue	—	15.00
	—	yellow	21.30
	—	bluish	31.30
	—	yellowish	66.60
c) Stephens standard black ink	black	—	4.00
	blue	—	10.00
	blue	—	15.30
	light blue	—	18.00
	yellow	—	24.00
	light blue	—	33.00
	—	bluish	37.00
d) Stephens standard with half acid (3)	black	—	0.40
	light blue	—	17.00
	—	bluish	40.00
e) Stephens double tannin bodies (5)	black	—	0.40
	blue	—	9.30
	blue	—	14.30
	blue	—	18.00
	light blue	—	36.00
	—	bluish	42.60
f)Parker Quink permanent black	brown	—	3.00
	blue black	—	6.00
	-	green	8.00
	red	—	12.00
	pink	—	13.30
	-	green	16.60
	light blue	—	20.00
	orange	—	23.00
	-	green	23.30
	yellow	—	31.30
	-	green	33.30
	-	light green	40.00
g) Parker Quink blue black	black	—	0.20
	deep blue	—	5.30
	blue	—	13.30
	light pink	—	20.00
	—	yellowish	65.00
h) Violet fountainpen ink	violet	—	96.00

Table 1 (continued)

Inks	Observation of zones in		R_f values x 100
	Day light	Ultra violet light	
i) Byrós ball pens, violet	violet	—	93.30
	bluish	—	96.60
j) Red	orange	—	83.30
	red	—	96.60
k) Blue black	green	—	20.00
	red	—	96.60
l) Liquid lead	black	—	0.00

of an ink that has been used for the writing of a given document or the traces of pigment stains found on the culprits clothings make it almost impossible to analyse it chemically and very problematic to characterize it with known physical methods (ultra-violet and infra-red etc.). This problem has been solved successfully by the application of chromatographic technique in the detection and identification of various colouring matters present in the stains and writings of the documents.

Some preliminary work seems to have been done by various workers of the world[1,2,4–8] on the analysis of inks from fountain pen and ball pen and of the dyes present in lipsticks, shoe polishes etc. The present paper gives exhaustive details obtained by the auther during the analysis of various inks used for writing documents, stains of dyes and lipsticks. The various colours separated on the chromatogram and their respective rate of migration values have been recorded.

Experimental

Ink writings examined. The following inks both fountain pen and Byroball pens were used for writing documents.

a) Stephens gallic acid ink(6), b) blue black ink, c) standard black ink, d) standard with half acid(3) and e) double tannin bodies(5); f) Parker Quink permanent black, g) blue black; h) Violet fountain pen ink; and Byro ball pen inks, i) violet; j) red, k) blue black, l) liquid lead.

The acid solution of ethyl alcohol is used for extracting the ink from one or more letters of a written document. This extracted ink is directly transferred to a spot along with the control ink at another spot on the chromatogram. Whatman No. 1 filter paper was used throughout the experiment. Developer used was a mixture of n-butanol-acetic acid-water (4:1:5). Ascending technique of DENT and HARRIS[3] was applied for running the chromatograms.

0.001 ml of the control ink (or that of the extract taken out from the writing) is then placed on the starting point of the chromatogram and dried by means of a hair drier. The frame containing about a dozen sheets[3] is placed in the trough having the solvent and the whole unit is covered with a glass chamber. The temperature of the system was 18° C and the over night runs were taken out, dried and examined in day light and ultra violet light.

Table 1 gives the detailed analysis chart of inks.

Table 2 gives the analysis of dye-stuffs in ethyl alcohol : water (80:20) solvent. The dilute solutions of dyes were applied on the chromatograms.

Dye stains of lipsticks were also analysed chromatographically. Several brands of lipsticks were taken and the dyes separated free from their fatty material. A piece of lipstick was dissolved in warm 40% acetic acid. After thorough shaking, it was filtered and extracted with petroleum ether. The ether extract was evaporated and the residue obtained was dissolved in a drop of 50% alcohol and applied to the chromatograms. Table 3 gives the R_f values of dyes found in lipsticks.

Table 2

Dye-stuffs	Colour of spot	R_f Values x 100
Carmine	bluish pink	40
Eosin	light red	50
	red	85
Erythrosine	light pink x	50—90
Fast green	deep green x	80—90
Fluorescein	yellow	85
Light green	apple green x	75—90
Malachite green	deep green x	85—95
Methylene blue	blue x	45—70
Rose bengal	deep pink x	75—95

x-diffused bands

Table 3

Lipsticks	R_f-Values x 100
Ruby pink	66—100
Red Red	66—100
Pretty Miss 4	61— 91
Pretty Miss 6	72—100
Pilot 6	75— 94
Khasana 15 carmine (German)	72— 94
Khasana 16 cerise (German)	66 – 90
35 Caola (Hungary)	1— 77 streak
Kiss Me 5 dark (Japan)	55— 95

Identification of marks of lipsticks is difficult, but in favourable cases an investigation can give a definite result. The circumstance that the mark is both fatty and red coloured is very important, also the nature of the pigment, if that can be determined. For this, however, a comparatively large quantity is required. This problem has been solved by taking the aid of paper chromatography which requires only few micrograms of the stains. The colours commonly used for lipstick are eosin, phloxin, fluorescein compounds, erythrosin etc.

Thanks are due to Mr. J. V. Jackson of the Metropolitan Police Laboratory, New Scotland Yard, London, for the encouragement and facilities given during the course of investigation of the problem.

References

[1] Anderson, N. L.: Amer. Ink Maker **35**, No. 2, 38; 63 (1957). — [2] Coldwell, B. B.: Analyst. **80**, 68 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **149**, 400 (1956). — [3] Dent, C. E., and H. Harris: Biochemic. J. **46**, XLII (1950). — [4] Deshusses, J., and P. Des-

BAUMES: Mitt. Gebiete Lebensmittelunters., Hyg. Bern **44**, 500 (1953); **46**, 258 (1955). — [5] IWASAKI, S.: Kagaku to Sose **9**, 1 (1956). — [6] KIRK, P. L.: J. Forensic Med. **3**, No. 4, Oct-Dec. 1956. — [7] MACRIS, C. G., and M. D. RIGANEZIS: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 129 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **151**, 240 (1956). — [8] SOMERFORD, A. W.: J. Crim. Law Criminol. Pol. Sci. **42**, 124 (1952).

Dr. S. N. TEWARI, 18/3 A, The Mall, Kanpur (U.P.) India

Aus dem Institut für Tierphysiologie und Tierernährungslehre der Universität Kiel
(Direktor: Prof. Dr. MAX BECKER)

Eine einfache Mikrobestimmung der Phosphorsäure im Kjeldahl-Aufschluß von biologischem Material nach der Molybdat-Vanadatmethode

Von
GERHARD PULSS

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 2. Juni 1960)

Die Phosphorsäure wird bei physiologischen Untersuchungen vorwiegend colorimetrisch als Phosphormolybdänblau bestimmt. Die Methode beruht bekanntlich darauf, daß in einer mit Ammoniummolybdat versetzten Phosphatlösung das entstandene Ammoniummolybdophosphat durch ein Reduktionsmittel in den blauen Farbstoff übergeführt wird.

Nach einem anderen colorimetrischen Verfahren, welches auf MISSON[3] zurückgeht, wird in einer Phosphatlösung durch Zusatz von Ammoniummolybdat und Ammoniumvanadat eine orangegelbe, lösliche Verbindung erzeugt, die als Molybdato-Vanadato-Phosphorsäure bezeichnet wird.

Dieses Verfahren hat gegenüber der „Molybdänblau"-Methode — besonders in der unten beschriebenen Modifikation — große Vorteile:

1. Es besteht die Möglichkeit, aus *einem* Aufschluß Stickstoff und Phosphor zu bestimmen, was besonders bei kleinen Substratmengen (Enzymansätzen, Charakterisierung von Phosphatidgemischen und anderen) von Vorteil ist.

2. Die Methode ist in wesentlichen Punkten einfacher als die Molybdänblaumethode.

3. Die Methode ist sowohl für Mikro- (0,2—9 μg/ml Meßlösung) als auch für Makrobedingungen ohne besondere Änderung der Arbeitsvorschrift zu verwenden. Es braucht nur das Absorptionsfilter oder die Wellenlänge im Meßgerät geändert und dafür eine Eichkurve aufgestellt zu werden.

4. Das Verfahren ist gegenüber Störungen weniger empfindlich als die Molybdänblaumethode.

Das Molybdat-Vanadatverfahren in Makroausführung ist für die Eisenhüttenindustrie unter anderen von Misson[3] und zur Untersuchung von Böden und Pflanzenproben von Rauterberg[4], Scheffer u. Pajenkamp[5] sowie von Gericke u. Kurmies[1] näher geprüft worden. Kurmies[2] hat auch eine Arbeitsvorschrift unter Mikrobedingungen beschrieben.

Allen Arbeitsvorschriften ist gemeinsam, daß die Phosphorsäure in salpetersaurer Lösung bestimmt wird. Der Rückstand wird nach trockener Veraschung in der entsprechenden Menge Salpetersäure gelöst. Bei Feuchtveraschung (mit Schwefelsäure, Salpetersäure und Perchlorsäure) sowie bei Auszügen mit Königswasser (bei Erzen) wird vorher die Säure abgeraucht oder neutralisiert und wieder mit Salpetersäure angesäuert. Anschließend wird mit Ammoniummolybdat und Ammoniumvanadat (als Mischreagens oder als getrennte Lösungen) angefärbt und photometriert. Unterschiede bestehen unter anderem in der Konzentration der Salpetersäure in der Meßlösung und in den Wellenlängen bzw. in den Absorptionsfiltern, mit denen die Farblösung gemessen wird.

Die unterschiedlichen und zum Teil widersprechenden Angaben der einzelnen Autoren hinsichtlich der Störungen durch Fremdionen und der Empfindlichkeit gegenüber Änderungen der Säurekonzentration sind — wie eigene Untersuchungen ergeben haben - auf die Unterschiede in den Arbeitsvorschriften zurückzuführen. Es ist daher auch kaum möglich, die eigenen Ergebnisse mit denen anderer Autoren zu vergleichen.

Nach der unten beschriebenen Mikromethode wird bei Bestimmung der Gesamtphosphorsäure die Analysensubstanz im Kjeldahl-Kolben mit einer bestimmten Menge Schwefelsäure aufgeschlossen. Der Kolbeninhalt wird in einen Meßkolben übergeführt, mit einem Mischreagens, welches Ammoniumvanadat, Ammoniummolybdat und Schwefelsäure enthält, angefärbt und nach dem Auffüllen gegen eine Blindlösung photometriert. Bei der Bestimmung von anorganischer Phosphorsäure im Plasma wird das mit Trichloressigsäure enteiweißte Untersuchungsmaterial in einen Meßkolben einpipettiert und dann angefärbt. Die Standardabweichung nach Kjeldahl-Aufschluß ist $s = \pm 1\,\%$ und bei der Phosphorsäurebestimmung im Plasma ohne Aufschluß $s = \pm 0{,}6\,\%$ des Mittelwertes.

Grundlagen der Methode

Spektrale Verteilung der Absorption

Das Absorptionsspektrum des Phosphor-Molybdat-Vanadat-Komplexes weist keine extremen Maxima und Minima auf. Die Kurve steigt vielmehr vom grünen bis in den blauen Spektralbereich flach an und

erreicht bei etwa 360 nm ihr Maximum (Abb. 1). Bei Aufstellung einer entsprechenden Eichkurve wäre es demnach möglich, die Phosphorsäure in einem weiten Spektralbereich zu messen. Dies kann von Bedeutung sein, wenn es gilt, störende Substanzen mit eigener Lichtabsorption auszuschalten. Die vorliegende Arbeitsvorschrift wurde mit dem Eppendorf-Photometer* mit Quecksilberdampflampe ausgearbeitet, weil derartige Photometer in den Laboratorien häufiger vorhanden sind als Spektralgeräte. In dem Absorptionsbereich des Phosphor-Molybdat-Vanadat-Komplexes wäre demnach die Messung bei den Hg-Spektrallinien 366; 405; 436 nm möglich.

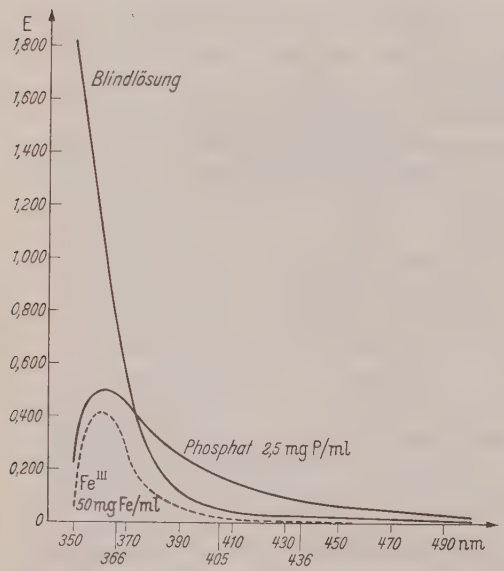

Abb. 1. Absorptionskurven: *a* des Phosphorsäure-Farbkomplexes (Extinktion gegen Blindlösung), *b* der Blindlösung (Extinktion gegen Wasser) und *c* von Fe^{3+} in der Blindlösung (Extinktion gegen Blindlösung)

Die Mikrobestimmung der Phosphorsäure bei 366 nm ist wegen der großen Empfindlichkeit gegen Störungen nicht ratsam. Allein der Eigenwert der Reagentien ist bei dieser Wellenlänge derart hoch, daß jede Störung, die sich nur auf die Reagenslösungen auswirkt (z. B. Brenztraubensäure), einen vielfachen Fehler bei der eigentlichen Phosphorsäuremessung verursachen würde. Kieselsäure, 3wertiges Eisen und Arsenat weisen eine ähnliche Absorptionskurve wie der P-Komplex auf. Störungen durch diese Stoffe treten bei 366 mn wesentlich stärker auf als bei 405 nm. Bei Mikrobestimmungen ist es daher vorteilhafter, mit Licht der Wellenlänge 405 nm bei einer größeren Schichtdicke zu messen.

Einfluß von Säure- und Ammoniummolybdatkonzentration

Um den Einfluß der Säurekonzentration zu prüfen, wurden Ammoniummolybdat- und Ammoniumvanadatlösung getrennt verwandt, wobei die Ammoniummolybdatlösung ohne Schwefelsäure angesetzt wurde.

* Nethler u. Hinz, Hamburg.

Wie aus Tab. 1 ersichtlich, gibt es für jede Molybdatkonzentration in der Meßlösung einen Bereich, in dem die Veränderung der Säurekonzentration keine Änderung der Farbintensität bewirkt (Spalte A, kursiv). Mit steigender Säurekonzentration erniedrigt sich die Farbintensität und umgekehrt. Mißt man die Phosphorsäurelösungen sowie die Blindlösungen ohne Phosphorsäure *gegen Wasser* (Spalten A und B) sowie die Phosphorsäurelösungen *gegen die Blindlösungen* (Spalte C)

Tabelle 1. *Einfluß der Schwefelsäure- und Molybdatkonzentration auf den Extinktionswert* (4 µg P/ml Meßlösung)

Verd. H_2SO_4 (1:10) v/v)	A			B			C		
	P-Lösung gegen Wasser 10%ige Ammoniummolybdatlösung			Blindlösung gegen Wasser 10%ige Ammoniummolybdatlösung			P-Lösung gegen Blindlösung 10%ige Ammoniummolybdatlösung		
ml	5 ml	10 ml	15 ml	5 ml	10 ml	15 ml	5 ml	10 ml	15 ml
5	0,739	0,844	0,926	0,112	0,220	0,300	0,629	0,624	0,626
10	0,690	0,732	0,796	0,063	0,106	0,170	0,627	0,626	0,626
15	*0,683*	0,709	0,737	0,057	0,082	0,112	0,626	0,627	0,625
20	*0,681*	*0,697*	0,716	0,057	0,072	0,091	0,624	0,625	0,629
25	0,677	*0,699*	*0,712*	0,058	0,071	0,086	0,620	0,627	0,626
30	0,639	*0,698*	*0,712*	0,058	0,072	0,085	0,580	0,626	0,627
35	0,454	0,691	*0,712*	0,059	0,072	0,086	0,395	0,620	0,626
40	0,260	0,670	0,703	0,057	0,071	0,084	0,204	0,599	0,619
45	0,134	0,561	0,693	0,058	0,073	0,085	0,076	0,488	0,609
50	0,104	0,379	0,644	0,059	0,072	0,086	0,045	0,307	0,559

und vergleicht, so ist erkennbar, daß die Veränderungen der Meßwerte bei geringen Säurekonzentrationen auf die Veränderungen des Blindwertes (also nicht auf den Phosphorsäure-Farbkomplex) zurückzuführen sind. Dagegen wirken sich höhere Säurekonzentrationen auf den Phosphorsäure-Farbkomplex aus. Die Blindlösung bleibt von einer bestimmten Säurekonzentration ab aufwärts unverändert.

Für das Analysenverfahren und besonders für die Feuchtveraschung des organischen Materials im Kjeldahl-Aufschluß ist der säuretolerante Bereich von Bedeutung. Die Lage und die Ausdehnung dieses Bereiches ist abhängig von der angewandten Menge Ammoniummolybdat. Bei 5 ml 10%iger Ammoniummolybdatlösung liegen die Grenzen zwischen 15 ml und 20 ml verdünnter Schwefelsäure. Der säuretolerante Bereich beträgt also 5 ml Schwefelsäure. In Gegenwart von 10 ml Ammoniummolybdatlösung liegen die Grenzen zwischen 20 ml und 30 ml Schwefelsäure, d. h. daß der säuretolerante Bereich auf 10 ml Schwefelsäure (1:10 v/v) = 1 ml H_2SO_4 konzentriert erweitert ist. Eine weitere Erhöhung der Ammoniummolybdatkonzentration bewirkt keine zusätzliche Ausdehnung des säuretoleranten Bereiches. Wird demnach die

Phosphorsäure in Gegenwart von 10 ml 10%iger Ammoniummolybdatlösung gemessen, so würde es bedeuten, daß beim Kjeldahl-Aufschluß 1 ml konzentrierte Schwefelsäure verlorengehen kann, ohne daß die Messung beeinflußt wird. So große Verluste treten praktisch nicht auf.

Einfluß der Ammoniumvanadatkonzentration

Die Erhöhung der Ammoniumvanadatkonzentration über das in der Arbeitsvorschrift angegebene Maß hinaus, d. h. auf mehr als 10 ml 0,25%ige Ammoniumvanadatlösung in 100 ml Meßlösung, bewirkt keine weitere Verbesserung der Methode.

Einfluß der Zeit

Die Messung kann bereits 5 min nach dem Ansatz erfolgen. Die Farbintensität bleibt etwa 4 Std konstant, steigt dann allmählich um 1—2%, um nach 24 Std wieder konstant zu bleiben. Über einen längeren Zeitraum als 72 Std wurde nicht geprüft.

Störungen durch Fremdionen

Störungen durch Fremdionen sind bei der Molybdat-Vanadatmethode besonders nach der vorgeschlagenen Arbeitsvorschrift erheblich geringer als bei der Molybdänblaumethode. Unter praktischen Meßbedingungen,

Tabelle 2. *Einfluß verschiedener Kationen und Anionen auf die Phosphorsäuremessung*

Ion	keine Störungen bei mg/ml Meßlösung	zugefügt als
Na^+	5*	NaCl
K^+	5*	KCl
Ca^{2+}	2,5*	$CaCO_3$
Mg^{2+}	2,5*	$MgCl_2 \cdot 6\ H_2O$
Al^{3+}	2,5*	$AlCl_3 \cdot 6\ H_2O$
Fe^{3+}	0,025	$Fe(NH_4)\ (SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$
AsO_4^{3-}	0,050	$Na_2HAsO_4 \cdot 7\ H_2O$
SiO_2	0,1	Natronwasserglas
F^-	0,5*	NaF
Oxalat^{2-}	1*	$K_2C_2O_4 \cdot H_2O$
Tartrat^{2-}	1*	$KNaC_4H_4O_6 \cdot 4\ H_2O$
Lactat$^-$	2*	Milchsäure
Citrat^{3-}	10*	$Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5\ ^1/_2\ H_2O$
Pyruvat	0,010	$NaC_3H_3O_3$
Trichloressigsäure	15*	Trichloressigsäure krist.

* Höhere Konzentrationen wurden nicht geprüft.

d. h. bei den meisten klinischen und physiologischen Untersuchungen sind sie ohne Bedeutung. In Tab. 2 sind die geprüften Kationen und Anionen unter Angabe der Konzentrationen aufgeführt, bei denen keine Störungen auftraten.

So läßt sich die anorganische Phosphorsäure im Oxalat- und Citratplasma ohne weiteres bestimmen, im Gegensatz zur Molybdänblaumethode. Auch in Enzymansätzen, denen Fluorid oder Arsenat als Inhibitor in den gebräuchlichen Konzentrationen zugesetzt ist, ist die Bestimmung der anorganischen Phosphorsäure ohne Störungen möglich.

Stärkere Störungen werden durch Brenztraubensäure verursacht, wenn ihre Konzentration 0,010 mg ml Meßlösung überschreitet. Bei höheren Konzentrationen tritt eine blaue Färbung auf. Die Extinktionswerte sinken. Wie Tab. 3 erkennen läßt, scheint sich die erniedrigende Wirkung der Brenztraubensäure nur auf den Eigenwert der Reagentien auszuwirken, während der P-Farbkomplex unverändert bleibt. Ist z.B. bei Enzymansätzen die Konzentration der zugesetzten Brenztraubensäure bekannt, so kann man die Störung durch einen entsprechenden Zusatz in der Blindlösung kompensieren. Bei Untersuchungen in normalen biologischen Substraten stört Pyruvat nicht.

Tabelle 3. *Einfluß von Brenztraubensäure*

Brenztraubensäure µg/ml Meßlösung	µg P/ml Meßlösung		
	0*	1	5
0	0,077	0,157	0,778
10	0,077	0,156	0,782
25	0,075	0,150	0,772
50	0,069	0,145	0,767
100	0,062	0,139	0,765

* Gegen Wasser gemessen.

Störungen können auch durch *3wertiges Eisen* auftreten, das die Meßwerte erhöht (Tab. 4).

Tabelle 4. *Einflüsse von Fe^{3+} auf die Messung*

Fe^{3+} µg/ml Meßlösung	µg P/ml Meßlösung			Differenz	
	0	1	5	1	5
0	0,000	0,161	0,781	—	—
0,5	0,000	0,162	0,782	0,001	0,001
2,5	0,002	0,162	0,785	0,001	0,004
5,0	0,006	0,166	0,793	0,005	0,012
50,0	0,050	0,210	0,837	0,049	0,056

Bei Innehaltung der Arbeitsvorschrift sind unter physiologischen Bedingungen die Störungen ohne Bedeutung. Werden zur Bestimmung der Phosphorsäure im Gesamtblut 0,2 ml aufgeschlossen und wird die Messung in einem 50 ml-Meßkolben durchgeführt, so übersteigt die Eisenkonzentration nur sehr selten 0,002 mg ml Meßlösung.

Eine Störung durch Kieselsäure, wie sie in der Literatur beschrieben wird (GERICKE u. KURMIES[1]; SCHEFFER u. PAJENKAMP[5] u. a.) wurde nicht beobachtet. Nur bei Abwesenheit von Phosphorsäure entwickelt sich nach längerer Zeit ein Farbkomplex mit der gleichen spektralen Absorptionskurve wie bei der Phosphorsäure. In Gegenwart von Phosphorsäure (Tab. 5) findet auch nach längerem Stehen keine zusätzliche Farbvertiefung statt.

Tabelle 5. *Einfluß von Kieselsäure*

SiO_2 µg/ml	P µg/ml	Zeit nach dem Anfärben 30 min	1 Std	24 Std	
0	0	0,077	0,077	0,079	gegen H_2O gemessen
50	0	0,080	0,084	0,106	
100	0	0,083	0,089	0,131	
0	1	0,158	0,159	0,161	gegen Blindlösung gemessen
50	1	0,158	0,159	0,160	
100	1	0,157	0,159	0,159	
0	5	0,779	0,776	0,794	
50	5	0,779	0,776	0,791	
100	5	0,779	0,776	0,786	

Beleganalysen

Wie die in den Tab. 6 und 7 wiedergegebenen Analysenwerte zeigen, läßt sich im biologischen Material die Phosphorsäure mit großer Genauigkeit ermitteln. Bei Bestimmung der anorganischen Phosphorsäure

Tabelle 6. *Die Bestimmung von Gesamtphosphorsäure im Blutplasma*

	Anzahl der Analysen	Mittelwert und mittlerer Fehler µg P in 50 ml	Standardabweichung in Prozent des Mittelwertes	Mittelwert in Prozent des theoretischen Wertes
0,2 ml Plasma	6	32,3 ± 0,16	± 1,20	—
dass. + 30 µg P	3	63,5 ± 0,39	± 1,06	101,9
dass. + 50 µg P	3	81,9 ± 0,32	± 0,67	99,5
50 µg P	3	50,3 ± 0,29	± 1,00	100,6

Tabelle 7. *Die Bestimmung von anorganischer Phosphorsäure im Plasma*

	Anzahl der Analysen	Mittelwert und mittlerer Fehler µg P in 25 ml	Standardabweichung in Prozent des Mittelwertes	Mittelwert in Prozent des theoretischen Wertes
1 ml enteiweißtes Plasma (1:1)	3	35,20 ± 0,07	± 0,41	—
dass. + 10 µg P	3	45,25 ± 0,13	± 0,48	100,1
dass. + 20 µg P	3	55,25 ± 0	± 0	100,1
dass. + 40 µg P	3	74,75 ± 0,13	± 0,30	99,4

im Plasma bleibt die Standardabweichung unter $s = \pm 0{,}5\%$ des Mittelwertes. Sie erhöht sich etwas bei Bestimmung der Gesamt-Phosphorsäure nach Aufschluß im Kjeldahl-Kolben ($s = \pm 1{,}2\%$ des Mittelwertes).

Eichkurve

Die mit dem Eppendorf-Photometer gewonnene Eichkurve bei (Hg) 405 nm und 20 mm Schichtdicke (0,2—9 μg P/ml Meßlösung) ist nahezu linear. Sie folgt der Regressionsgleichung $E = 0{,}1552\ x + 0{,}003$, wobei E = Extinktion und $x = \mu$g P/ml Meßlösung sind. Die Konstante 0,003 mag methodisch bedingt sein, da die Eichkurve nicht ganz dem Lambert-Beerschen Gesetz folgt. Soll mit einer anderen Schichtdicke gemessen werden, so ist eine gesonderte Eichkurve aufzustellen. In dem Bereich von 0,2—9 μg/ml Meßlösung betrug die Standardabweichung bei 20 Messungen $s = \pm 0{,}5\%$ des theoretischen Wertes. In dem Bereich von 0,2—1 μg/ml Meßlösung und 10 Messungen ist $s = \pm 1{,}03\%$.

Beschreibung der Arbeitsweise

Reagentien

1. Phosphorsäurereagens (1 Vol.-Teil A + 1 Vol.-Teil B).

A. Ammoniumvanadatlösung, etwa 0,25%ig (w/v). 2,5 Ammoniumvanadat werden in 500 ml schwach siedendem Wasser gelöst, nach dem Erkalten mit 20 ml konz. Salpetersäure versetzt und auf 1000 ml aufgefüllt.

B. Ammoniummmolybdatlösung, etwa 10%ig (w/v). 100 g Ammoniumolybdat werden in etwa 500 ml Wasser bei 50° C gelöst. Nach dem Erkalten wird mit 100 ml konz. Schwefelsäure vorsichtig versetzt und nach neuem Abkühlen auf 1000 ml aufgefüllt.

2. Verdünnte Schwefelsäure (1:10 v/v verd., etwa 3,6 n). 1 Vol.-Teil konz. Schwefelsäure wird zu 9 Vol.-Teilen Wasser gegeben. Die Verdünnung 1:10 v/v ist gewählt worden, weil es auf diese Weise leichter ist, aus der beim Aufschluß verwandten konzentrierten Schwefelsäure die für die Phosphorsäurebestimmung notwendige Säurekonzentration zu berechnen. 10 ml verd. Schwefelsäure 1:10 (v/v) = 1 ml konz. Schwefelsäure.

Das Phosphorsäurereagens ist mehrere Monate lang haltbar.

Durchführung

A. Herstellung der Eichkurve. Zur Herstellung der Eichkurve werden bekannte Mengen einer Phosphatlösung (KH_2PO_4) (0,2 9 μg P je Milliliter Meßlösung in einen 50 ml-Meßkolben einpipettiert und mit 10 ml verd. Schwefelsäure versetzt. Unter Umschütteln gibt man dann 10 ml Phosphorsäurereagens hinzu, füllt bis zur Marke auf und mißt nach 5 min in 20 mm-Küvetten im Eppendorf-Photometer mit dem Filter Hg 405 nm gegen die Blindlösung.

Soll bei einer anderen Schichtdicke gemessen werden, so ist jeweils eine gesonderte Eichkurve aufzustellen.

B. Phosphatanalyse. *1. Bestimmung der anorganischen Phosphorsäure im Blutplasma oder Serum.* 1 ml Plasma wird mit 1 ml 10%iger Trichloressigsäure enteiweißt, zentrifugiert und eventuell filtriert. Von dieser Lösung wird 1 ml (= 0,5 ml Plasma) in einen 25 ml-Meßkolben einpipettiert, mit 5 ml verd. Schwefelsäure und 5 ml Phosphatreagens versetzt, bis zur Marke aufgefüllt und wie oben gegen die Blindlösung photometriert.

Die Bestimmung der anorganischen Phosphorsäure in anderem biologischen Material erfolgt sinngemäß.

2. Bestimmung von Pyrophosphat. Da Pyrophosphat keine Farbreaktion gibt, muß es vor seiner Bestimmung zu Orthophosphat hydrolysiert werden. Nachdem man die Orthophosphorsäure wie oben bestimmt hat, wird eine zweite Probe in einen 25 ml-Meßkolben einpipettiert, mit 5 ml verd. Schwefelsäure versetzt und ungefähr 2 min auf dem Drahtnetz über einer Gasflamme sieden gelassen. Nach dem Abkühlen fügt man 5 ml Phosphorsäurereagens hinzu, füllt bis zur Marke auf und mißt wie oben beschrieben. Aus der Differenz beider Messungen wird die Pyrophosphorsäure errechnet.

3. Bestimmung der Gesamtphosphorsäure im Vollblut und Plasma. 0,2 ml Plasma werden in einem 50 ml-Kjeldahl-Kolben nach Zusatz einer Spatelspitze Selen-Reaktionsgemisch mit 1 ml konz. Schwefelsäure über kleiner Gasflamme aufgeschlossen. Nachdem die Lösung klar geworden ist, wird der Aufschluß mit etwas Wasser verdünnt, zur Hydrolyse eventuell entstandener Pyrophosphorsäure bis zum Sieden erhitzt und nach dem Abkühlen in einen 50 ml-Meßkolben übergeführt. Da im Aufschluß ausreichend Schwefelsäure vorhanden ist, wird ohne weitere Säurezugabe gleich mit 10 ml Phosphatreagens angefärbt, zur Marke aufgefüllt und wie oben gemessen.

Bei der Bestimmung der Gesamtphosphorsäure in anderem biologischen Material ist sinngemäß zu verfahren.

4. Bestimmung von Stickstoff und Gesamtphosphorsäure in einem Aufschluß. 0,5 ml Plasma werden mit 2,5 ml konz. Schwefelsäure und einer Spatelspitze Selen-Reaktionsgemisch im Kjeldahl-Kolben aufgeschlossen. Nach Klarwerden der Lösung verdünnt man mit etwas Wasser, erhitzt zur Hydrolyse etwa vorhandener Pyrophosphorsäure 2 min bis zum Sieden, überführt nach dem Abkühlen in einen 50 ml-Meßkolben und füllt auf. Von dieser Lösung werden zur P-Bestimmung 10 ml in einen 25 ml-Meßkolben einpipettiert, mit 5 ml Phosphatreagens angefärbt und nach dem Auffüllen bis zur Marke wie oben gemessen. Der Rest des auf 50 ml aufgefüllten Aufschlusses kann für die Stickstoffbestimmung verwandt werden. Sollte sich beim Kjeldahl-Aufschluß Kieselsäure oder Calciumsulfat abgeschieden haben, so ist vor dem Einpipettieren in den Meßkolben durch ein aschefreies Filter zu filtrieren.

Bemerkung. Man kann in den einzelnen Vorschriften die angegebenen Daten für Analysensubstanz, Aufschluß-Schwefelsäure, Meßkolben- und Pipettengröße den jeweiligen Gegebenheiten anpassen, nur muß die Schwefelsäure-Konzentration im säuretoleranten Bereich von 10—20 ml verd. Schwefelsäure (1:10 v/v) = 1—2 ml konz. Schwefelsäure bezogen auf 100 ml Meßlösung gewahrt bleiben, ausschließlich der Schwefelsäure im Phosphatreagens.

Zusammenfassung

Es wird eine Mikromethode zur Bestimmung der Phosphorsäure im Kjeldahl-Aufschluß nach der Molybdat-Vanadatmethode beschrieben. Sie ist gegenüber der gebräuchlichen Molybdänblaumethode einfacher in der Durchführung und unempfindlicher gegen Störungen. Stickstoff und Phosphorsäure können aus einem Aufschluß bestimmt werden. Anorganische Phosphorsäure kann sowohl im Citrat- und Oxalatplasma als auch in Enzymansätzen, denen Fluorid oder Arsenat in den gebräuchlichen Konzentrationen zugefügt wurde, gemessen werden.

Literatur

[1] Gericke, S., u. B. Kurmies: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **59**, 235 (1952); vgl. diese Z. **140**, 392 (1953). — [2] Kurmies, B.: Phosphorsäure **15**, 64 (1955). — [3] Misson, G.: Chemiker Ztg. **32**, 633 (1908); vgl. diese Z. **56**, 402 (1917); siehe auch: Fresenius, W., u. G. Jander: Hdb. d. Analyt. Chem., 3. Teil, Bd. V*a*, *β* (Phosphor). Springer: Berlin, Göttingen, Heidelberg 1953. — [4] Rauterberg, E., u. H. Ossenberg-Neuhaus: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **53**, 149 (1951); vgl. diese Z. **136**, 452 (1952). — [5] Scheffer, F., u. H. Pajenkamp: Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **56**, 2 (1952); vgl. diese Z. **138**, 307 (1953).

Dr. G. Pulss,
Institut für Tierphysiologie u. Tierernährungslehre der Universität, Kiel,
Hospitalstraße 34

Aus dem Mikrolaboratorium der Fa. Röhm & Haas GmbH., Darmstadt

Die Bestimmung höherer Alkoxylgruppen

Von
R. Kretz

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 8. Juni 1960)

Die Alkoxylgruppen, die in Estern, Äthern und Acetalen vorhanden sein können, werden nach der Methode von Zeisel[14] bestimmt. Dabei wird die Alkoxylgruppe durch Jodwasserstoffsäure in Alkyljodid umgesetzt und dieses mit Hilfe eines Trägergasstromes (Kohlendioxyd oder Stickstoff) in die Vorlage der Bestimmungsapparatur übergetrieben. Die Endbestimmung kann gravimetrisch durch Umsetzung mit alkoholischer Silbernitratlösung und Wägung des gebildeten Silberjodides oder maßanalytisch durch Bromoxydation und jodometrische Bestimmung des gebildeten Jodates nach Vieböck u. Brecher[13] erfolgen. Abgesehen von Sonderfällen wird man speziell im Industrielaboratorium der maßanalytischen Methode den Vorzug geben. Bekanntlich gestattet diese, die Bestimmung auch in Gegenwart von Schwefel durchzuführen. In letzter Zeit wird auch vorgeschlagen, die Endbestimmung gaschromatographisch auszuführen. Es ist damit möglich, verschiedene Alkyljodide gleichzeitig zu erfassen. Kratzl[6] absorbiert die in der Zeisel-Apparatur erzeugten Alkyljodide in einer gekühlten Zusatzkolonne, trennt gaschromatographisch an Trikresylphosphat oder an Polyäthylenglykol 400 und bestimmt quantitativ nach Vieböck u. Brecher[13]. Haslam[3] absorbiert in einer gekühlten n-Heptanlösung und wertet mit Methylenchlorid und Äthylenchlorid als innerem Standard an Hand einer Eichkurve aus (vgl. auch Vertalier[12] und James[4]). Die Bestimmung von

Methoxyl und Äthoxyl nach Zeisel gelingt je nach der verwendeten Apparatur[8] und der eingewogenen Substanzmenge in 30—90 min quantitativ. Der niedere Siedepunkt von Methyljodid und Äthyljodid erfordert nur einen geringen Trägergasstrom. Will man dagegen Propoxyl- oder Butoxylgruppen bestimmen, benötigt man nicht nur einen stärkeren Gasstrom, sondern man muß auch den Wäscher mit Hilfe eines Wasserbades erwärmen, wenn man nicht eine andere Apparatur wie z.B. die nach Shaw[9] vorzieht.

Eine Betrachtung der Siedepunkte der n-Alkyljodide verdeutlicht diese Beziehung:

Tabelle 1

n-Alkyljodid	Siedepunkt °C	n-Alkyljodid	Siedepunkt °C
Methyljodid	42,8	Hexyljodid	180
Äthyljodid	72,4	Heptyljodid	204
Propyljodid	102,5	Octyljodid	226
Butyljodid	130,4	Nonyljodid*	117 bei 15 mm
Amyljodid	155	Decyljodid*	132 bei 15 mm

* Die höheren Glieder dieser Reihe sind nur im Feinvakuum unzersetzt destillierbar.

Ein erhöhter Trägergasstrom und eine längere Spülzeit erlauben zwar noch kleine Anteile des Octyljodides zu identifizieren[1] aber nicht mehr quantitativ zu erfassen. Ferner ist die Identifizierung höherer Alkoxylgruppen papierchromatographisch nach Večeřa[5,10,11] möglich. Beide Verfahren sind als Bestimmungsmethode nicht anwendbar, und auch bei der gaschromatographischen Analyse können die höheren Alkoxylgruppen nicht quantitativ erfaßt werden. Ausgehend von der Beobachtung, daß die Alkyljodide mit Wasserdampf flüchtig sind, soll über eine neue Bestimmungsart berichtet werden.

Experimentelles

Methodik. Für die entwickelte Methode werden die mit Jodwasserstoffsäure nach Zeisel in der Bombe erzeugten höheren Alkyljodide durch eine Wasserdampfdestillation vom Umsetzungsgemisch getrennt. Um einen schnellen Übergang zu bekommen, wird Dekalin als Schlepper verwendet. Es werden Teildestillate abgenommen, und nach Oxydation mit Brom wird die Endbestimmung jodometrisch durchgeführt.

Chemikalien. Jodwasserstoffsäure, p. a. (57 bzw. 70%ig); Dekalin zur Spektroskopie; Natriumacetat, $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$, p. a.; Brom-Eisessig-Natriumacetatlösung: Man löst 100 g krist. Natriumacetat in 1 l Eisessig und fügt 20 ml Brom (jodfrei) zu. Weiter werden benötigt: 25%ige Schwefelsäure, 1%ige Stärkelösung, 0,1 n Natriumthiosulfatlösung, 98—100%ige Ameisensäure, Eisessig, Kaliumjodid, roter Phosphor, Äthanol.

Geräte. Aufschlußbomben, Innendurchmesser: 10 mm, Wandstärke: 1,5 mm, Länge: 250 mm; Aufschlußblock aus Aluminium mit etwa 10 Bohrungen für die Bomben, die Regelung erfolgt durch ein Kontaktthermometer; Schliff-Erlenmeyer-

kolben, 200 ml; graduierte Mikrospritzflaschen, 10 ml.

Die Destillationsapparatur (siehe Abb. 1) besteht aus: 2 l-Wasserdampfentwickler mit Überdruckventil; Destillationskölbchen von etwa 70 ml Inhalt, 80—100 mm lang und bauchig erweitert, mit NS 29 Schliffhülse, passend auf einen Destillationsaufsatz mit NS 10 Wasserdampfeinleitungsrohr, kugelförmiger Spritzfänger mit KS 18 Kern am Ableitungsrohr. Im geraden Ansatzteil (Länge 220 mm) ist ein Schlangenkühler (etwa 12 Schlangen) eingebaut. Der Aufsatz kann damit als Rückflußkühler dienen. Die Schliffhülse des Einleitungsrohres hat einen kragenförmigen Aufsatz, der das Dekalin (1 ml Marke) enthält; ein Winkelstück mit Schale KS 18 und NS 14,5 Kern, sowie Spültubus; ein Liebig-Kühler, 300 bis 350 mm lang mit NS 14,5 Innenschliff; ein Schlangenkühler 300—350 mm lang mit NS 14,5 Innenschliff.

Abb. 1. Destillationsapparatur

Prüfung der Bromoxydation höherer Alkyljodide

Die Alkyljodide fallen durch die Wasserdampfdestillation in Verdünnung mit Wasser an. Es ist daher zu prüfen, ob die Oxydation der höheren Alkyljodide quantitativ verläuft.

Zu 40 ml Wasser und 20 ml Natriumacetat-Brom-Eisessig-Lösung wird die Alkyljodideinwaage gegeben und verschiedene Zeiten unter Magnetrührung umgesetzt. Nach Zugabe von etwa 4 g krist. Natriumacetat wird der Bromüberschuß, nachdem das Acetat vollkommen in Lösung gegangen ist, mit Ameisensäure zerstört. Nach 10 min Stehen

wird mit 1—2 g Kaliumjodid und 25 ml 25%iger Schwefelsäure versetzt, 5 min im Dunkeln stehen gelassen und das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung titriert.

Tabelle 2

Substanz	% J Theorie	Zeit in min	Einwaage in mg	Verbrauch in ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung	% J	Mittelwert
$C_6H_{13}J$	59,8	5	42,63	11,72	58,3	58,3
			46,03	12,68	58,3	
		15	50,80	14,28	59,5	59,6
			55,60	15,71	59,8	
		30	20,07	5,70	60,1	60,0
			40,00	11,35	60,0	
$C_7H_{15}J$	56,1	5	83,38	21,76	55,2	55,2
			65,13	16,98	55,1	
		15	65,29	17,38	56,0	55,9
			63,17	16,69	55,9	
		30	69,44	18,40	56,0	56,0
			66,00	17,47	56,0	
$C_8H_{17}J$	52,9	5	37,57	7,60	42,8	42,0
			21,44	4,18	41,2	
		15	50,18	10,90	45,9	45,5
			40,78	8,68	45,0	
		30	62,86	15,35	51,6	—
			53,88	13,40	52,6	
$C_9H_{19}J$	49,9	5	40,94	9,13	47,2	47,0
			37,37	8,28	46,9	
		15	47,17	10,61	47,6	—
			40,78	8,68	45,0	
		30	63,89	15,41	51,0	50,8
			66,53	15,90	50,6	
$C_{10}H_{21}J$	47,3	5	49,38	10,71	45,9	46,0
			45,94	10,00	46,0	
		15	61,64	13,72	47,1	47,2
			57,57	12,88	47,3	
		30	68,73	15,52	47,6	47,6
			33,88	7,63	47,6	
$C_{12}H_{25}J$	42,8	5	35,56	7,32	43,5	43,7
			30,85	6,40	43,9	
		15	49,57	9,92	42,3	42,3
			37,24	7,45	42,3	
		30	51,74	10,38	42,4	42,5
			54,52	10,98	42,6	
$C_{13}H_{27}J$	40,9	5	81,38	15,22	39,6	39,2
			42,79	7,85	38,8	
		15	53,20	10,21	40,6	40,7
			69,23	13,36	40,8	
		30	64,02	12,31	40,6	40,7
			55,91	10,79	40,7	

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Substanz	% J Theorie	Zeit in min	Einwaage in mg	Verbrauch in ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung	% J	Mittelwert
$C_{16}H_{33}J$	36,0	5	69,45	11,85	35,7	35,6
			57,60	9,60	35,3	
			32,91	5,60	36,0	
			65,67	11,04	35,6	
		15	32,91	5,61	36,1	35,8
			32,91	5,62	36,1	
			65,51	10,91	35,2	
		30	66,96	11,30	35,7	35,9
			32,91	5,62	36,1	
			66,22	11,20	35,8	

Aus Tab. 2 sieht man, daß die Oxydation bei vielen Jodiden schon in 15 min vollständig verläuft. Für die Bestimmung folgt daraus, daß die Destillate 30 min unter Magnetrührung umgesetzt werden müssen. Für das erste Teildestillat werden 20 ml Brom-Eisessig-Natriumacetatlösung verwendet, für die folgenden nur 10 ml.

Prüfung der Wasserdampfdestillation höherer Alkyljodide

Die Einwaage des Jodides wird destilliert und hierauf der Bromoxydation sowie der Endbestimmung unterzogen (Teildestillate je 40 ml).

Tabelle 3. *Wasserdampfdestillation der Jodide ohne Dekalinzusatz*

Substanz	% J Theorie	Einwaage in mg	Verbrauch in ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung in Teildestillationen	Gesamtverbrauch minus Blindwert	% J
$C_6H_{13}J$	59,8	71,60	9,90; 8,94; 0,88; 0,76; 0,04	20,27	59,9
$C_7H_{15}J$	56,1	54,44	10,20; 2,90; 0,92; 0,36; 0,16	14,29	55,5
$C_8H_{17}J$	52,9	55,52	10,91; 2,07; 0,69; 0,32; 0,18	13,92	53,0
$C_9H_{19}J$	49,9	95,88	13,79; 3,72; 2,88; 2,46; 0,25	22,85	50,4
$C_{10}H_{21}J$	47,3	89,67	14,00; 2,85; 1,82; 1,10; 0,50	20,02	47,2
$C_{12}H_{25}J$	42,8	99,90	13,02; 4,40; 1,88; 0,73; 0,42	20,20	42,8
$C_{13}H_{27}J$	40,9	102,53	13,08; 3,25; 2,00; 1,20; 0,59	19,87	41,0
$C_{16}H_{33}J$	36,0	67,27	3,73; 3,24; 1,67; 1,56; 0,85;		
			0,43; 0,25	11,48	36,1

Tabelle 4. *Wasserdampfdestillation der Jodide mit Dekalinzusatz*

Substanz	% J Theorie	Einwaage in mg	Verbrauch in ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung in Teildestillationen	Gesamtverbrauch minus Blindwert	% J	% J Mittelwert
$C_6H_{13}J$	59,8	40,02	11,35*; 0,09; 0,08; 0,05; 0,03	11,35	60,0	59,9
$C_6H_{13}J$	59,8	35,52	10,02*; 0,08; 0,08; 0,04; 0,06	10,03	59,7	
$C_7H_{15}J$	56,1	49,41	12,98*; 0,12; 0,10; 0,06; 0,05	13,06	55,9	55,9
$C_7H_{15}J$	56,1	62,76	16,56*; 0,11; 0,09; 0,05; 0,04	16,60	55,9	
$C_8H_{17}J$	52,9	72,89	16,85*; 0,65; 0,40; 0,31; 0,11	18,13	52,6	52,9
$C_8H_{17}J$	52,9	47,40	11,54*; 0,26; 0,11; 0,10; 0,08	11,90	53,1	

* = Zusatz von 1 ml Dekalin.

Tabelle 4 (Fortsetzung)

Substanz	% J Theorie	Einwaage in mg	Verbrauch in ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung in Teildestillationen	Gesamtverbrauch minus Blindwert	% J	% J Mittelwert
$C_9H_{19}J$	49,9	62,80	14,36*; 0,34; 0,13; 0,12; 0,04	14,74	49,6	49,8
$C_9H_{19}J$	49,9	65,82	15,08*; 0,48; 0,08; 0,08; 0,07	15,54	49,9	
$C_{10}H_{21}J$	47,3	70,68	15,13*; 0,72; 0,13; 0,12; 0,08	15,93	47,7	47,4
$C_{10}H_{21}J$	47,3	52,44	10,94*; 0,55; 0,23; 0,11; 0,07	11,65	47,0	
$C_{12}H_{25}J$	42,8	71,74	13,98*; 0,41; 0,11; 0,12; 0,08	14,45	42,6	42,7
$C_{12}H_{25}J$	42,8	76,45	14,52*; 0,46; 0,31; 0,31; 0,12	15,47	42,8	
$C_{13}H_{27}J$	40,9	76,01	14,30*; 0,30; 0,24; 0,12; 0,07	14,78	41,1	41,1
$C_{13}H_{27}J$	40,9	69,37	13,03*; 0,37; 0,18; 0,09; 0,04	13,46	41,0	
$C_{16}H_{33}J$	36,0	53,13	3,50*; 3,78*; 0,75; 0,41; 0,40			
			0,27; 0,19; 0,09	8,99	35,8	36,1
$C_{16}H_{33}J$	36,0	74,90	2,73; 1,89; 3,04*; 3,51*;			
			1,55*; 0,30; 0,13; 0,15	12,90	36,4	
$C_{16}H_{33}J$	36,0	74,11	2,09*; 3,27*; 3,90*; 2,54;			
			0,59; 0,33; 0,18; 0,10	12,60	36,0	

* = Zusatz von 1 ml Dekalin.

Die höheren Alkyljodide lassen sich also durch Wasserdampfdestillation quantitativ vom Umsetzungsgemisch trennen. Der Zusatz von 1 ml Dekalin als Schleppmittel vor der Destillation beschleunigt den Übergang. Dadurch wird der Blindwert nicht erhöht. Bei den höheren Gliedern dieser Reihe (ab Decyljodid) kann vor *jeder* Teildestillation 1 ml Dekalin zugesetzt werden.

Blindwertbestimmungen

a) Ohne Dekalin. In das Destillationskölbchen werden 2 ml reinste, frisch im Stickstoffstrom destillierte Jodwasserstoffsäure gegeben, man verdünnt mit Wasser, nimmt 5 Teildestillationen zu 40 ml ab und unterwirft sie der Endbestimmung.

Tabelle 5. *Blindwertbestimmung mit 70%iger Jodwasserstoffsäure*

	1. Teildestillation	2. Teildestillation	3. Teildestillation	4. Teildestillation	5. Teildestillation	Summe
	ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung					
Bestimmung 1	0,05	0,05	0,07	0,05	0,03	0,25
Bestimmung 2	0,05	0,08	0,03	0,04	0,05	0,25
Bestimmung 3	0,09	0,04	0,05	0,04	0,05	0,27
Bestimmung 4	0,07	0,05	0,04	0,04	0,05	0,25
Bestimmung 5	0,08	0,08	0,04	0,05	0,05	0,30
Bestimmung 6	0,02	0,04	0,04	0,03	0,05	0,18
Bestimmung 7	0,05	0,03	0,05	0,05	0,04	0,22
Bestimmung 8	0,06	0,05	0,03	0,03	0,09	0,26
Bestimmung 9	0,05	0,06	0,04	0,05	0,03	0,23
Mittel	0,06	0,05	0,04	0,04	0,05	0,25

b) Unter Zusatz von Dekalin (siehe Tab. 6).

Tabelle 6

	1. Teil-destillation	2. Teil-destillation	3. Teil-destillation	4. Teil-destillation	5. Teil-destillation	Summe
	ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung					
Bestimmung 1	0,08	0,02	0,02	0,03	0,03	0,18
Bestimmung 2	0,08	0,04	0,03	0,03	0,02	0,20
Bestimmung 3	0,06	0,04	0,03	0,03	0,03	0,19
Mittel	0,07	0,03	0,03	0,03	0,03	0,19

Arbeitsvorschrift. 60—80 mg Einwaage werden mit 2 ml 70%iger Jodwasserstoffsäure in das mit Stickstoff ausgespülte Bombenrohr eingeschmolzen und 2 bis 4 Std im Aluminiumblock bei 120—130° C aufgeschlossen. Nach dem Erkalten wird der Bombeninhalt mit Wasser und etwas Eisessig in das Destillationskölbchen gespült. Die Verdünnung muß so gewählt werden, daß die Jodwasserstoffsäure etwa 5%ig ist. Es wird eine Mikrospatelspitze roter Phosphor zugesetzt und unter Verwendung des Destillationsaufsatzes als Rückflußkühler, das beim Aufschluß entstandene Jod durch kurzes Erhitzen entfärbt. Die Reaktion ist in etwa 2—3 min beendet. Anschließend wird das Wasser aus der Kühlschlange ausgeblasen und nach Zugabe von 1 ml Dekalin werden Teildestillationen zu 40 ml durchgeführt. Das Destillationskölbchen wird dabei schwach erwärmt. Am Ende einer jeden Teildestillation wird der absteigende Kühler durch den Tubus mit 4—6 ml Äthanol ausgespült und die einzelnen Destillate werden wie unter Prüfung der Bromoxydation beschrieben, der Endbestimmung unterzogen.

Anwendungsbeispiele

Tabelle 7. *Bestimmung von Benzoesäure-n-Octylester*
Theorie: 55,14% OC_8H_{17}; Aufschlußzeit: 2 Std.

Einwaage in mg	korrig. Verbrauch ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung	% OC_8H_{17}	Umsatz % der Theorie	d	d^2	a	a^2
61,34	15,51	54,5	98,8	−0,5	0,25	−0,6	0,36
68,19	17,30	54,6	99,0	−0,4	0,16	−0,5	0,25
64,32	16,49	55,2	100,2	+0,2	0,04	+0,1	0,01
59,30	15,03	54,6	99,0	−0,4	0,16	−0,5	0,25
63,15	16,11	54,9	99,6	−0,1	0,01	−0,2	0,04
59,60	15,30	55,3	100,3	+0,3	0,09	+0,2	0,04
58,50	14,93	55,0	99,7	0	0	−0,1	0,01
62,28	16,07	55,6	100,8	+0,6	0,36	+0,5	0,25
77,71	19,75	54,7	99,3	−0,3	0,09	−0,4	0,16
61,42	15,63	54,8	99,4	−0,2	0,04	−0,3	0,09
61,95	15,70	54,6	99,0	−0,4	0,16	−0,5	0,25
59,70	15,41	55,6	101,1	+0,6	0,36	+0,5	0,25

$\sigma_d = \pm 0{,}40 \quad \sigma_a = \pm 0{,}42$

Mittelwert: $55{,}0 \pm 0{,}12$% OC_8H_{17}

a = Abweichung von der Theorie; d = Abweichung vom Mittelwert.

Tabelle 8. *Aufschlußzeit 2 Std*

Substanz	theoret. Wert %	Anzahl der Best.	gef. MW.	Standardabweichung d. Einzelmessung von der Theorie
Benzoesäure-n-Decylester	59,8 $OC_{10}H_{21}$	12	60,0	±0,4
Benzoesäure-n-Dodecylester	63,8 $OC_{12}H_{25}$	12	63,6	±0,5
n-Decylacetat	78,5 $OC_{10}H_{21}$	12	78,2	±0,5
Isobuttersäure-n-Decylester	68,9 $OC_{10}H_{21}$	12	68,8	±0,6
Poly-n-Decylmethacrylat	69,5 $OC_{10}H_{21}$	16	69,1	±0,6
Stearinsäure-n-Decylester	37,0 $OC_{10}H_{21}$	18	37,3	±0,6

Bemerkungen. Es ist wichtig, daß der Aufschluß bei 120—130°C durchgeführt wird, denn, wie schon FURTER[2] gezeigt hat, zersetzen sich die Alkyljodide bei höherer Temperatur. Als oberste Grenze, die nicht überschritten werden soll, ist 140°C anzusehen. Hat eine Zersetzung stattgefunden, ist dies beim Öffnen der ausgekühlten Bombe durch Entweichen eines Überdruckes bemerkbar. Die Zersetzung gibt Jod und Kohlenwasserstoff (vgl. OGG[7]).

Mit dieser Methode sind auch die niederen Alkoxyle bestimmbar — es ist jedoch notwendig, die Brom-Natriumacetat-Eisessig-Lösung vorzulegen und bei Methyljodid bis Butyljodid Eiswasser durch den Mantel des absteigenden Kühlers zu pumpen. Bei den höheren Alkoxylen (ab Dodecyljodid) wird der Schlangenkühler gegen den Liebig-Kühler ausgetauscht.

Bei Einwaagen von klebrigen Polymerisaten können Minderwerte auftreten, wenn die Jodwasserstoffsäure innerhalb der Aufschlußzeit nicht in das Innere der Substanz eindringt. Die Verwendung von 1 ml Dekalin und Quellung über Nacht vor dem Aufschluß behebt dieses Defizit. Allerdings muß dann ein erhöhter Blindwert in Kauf genommen werden.

Störungen treten auf, wenn wasserdampfflüchtige Produkte entstehen, die Brom verbrauchen. Ist dies der Fall, führt man die Endbestimmung gravimetrisch durch Umsetzung mit Silbernitrat aus. Bei Erhöhung der Teildestillationszahl ist es möglich, Alkoxyle einschließlich der $C_{16}H_{33}O$-Gruppe zu bestimmen. Die Methode ist auch im Mikromaßstabe durchführbar.

Zusammenfassung

Es wurde eine Bestimmung für höhere Alkoxylgruppen nach ZEISEL entwickelt. Die durch Umsetzung in der Bombe mit Jodwasserstoffsäure gebildeten Alkyljodide werden durch Wasserdampfdestillation vom Umsetzungsgemisch getrennt und nach Bromoxydation jodometrisch bestimmt.

Meinen Mitarbeitern, besonders Frl. SCHLEIF, sei für die Durchführung der Analysen gedankt.

Literatur

[1] Furter, M.: Helv. chim. Acta **21**, 872 (1938). — [2] Furter, M.: Helv. chim. Acta **21**, 1151 (1938). — [3] Haslam, J., J. B. Hamilton u. A. R. Jeffs: Analyst **83**, 66 (1958); vgl. diese Z. **165**, 219 (1959). — [4] James, A. T., u. A. J. P. Martin: Biochemic. J. **57**, V (1954). — [5] Jureček, M., u. M. Večeřa: Chem. Listy **47**, 274 (1953); vgl. diese Z. **142**, 139 (1954). — [6] Kratzl, K., u. K. Gruber: Mh. Chem. **89**, 618 (1958); vgl. diese Z. **168**, 435 (1959). — [7] Ogg jr., R. A.: J. Amer. chem. Soc. **56**, 526 (1934). — [8] Pregl-Roth: Quantitative organische Mikroanalyse, S. 245. Wien: Springer 1958. — Elek, A: Organic Analysis, I, Intersci. Publ., Inc. S. 67. New York 1953. — Steyermark, A.: Analyt. Chemistry **28**, 112 (1956). — [9] Shaw, B. W.: J. Soc. chem. Ind. **66**, 147 (1947). — [10] Večeřa, M., u. J. Gasparič: Chem. Listy **48**, 1360 (1954); vgl. diese Z. **148**, 294 (1955/56). — [11] Večeřa, M., J. Gasparič u. A. Spěvák: Chem. Listy **51**, 1554 (1957); vgl. diese Z. **161**, 285 (1958). — [12] Vertalier, S., u. F. Martin: Chim. analytique **40**, 80 (1958); vgl. diese Z. **167**, 126 (1959). — [13] Vieböck, F., u. C. Brecher: Ber. dtsch. chem. Ges. **63**, 3207 (1930); vgl. diese Z. **88**, 137 (1932). — [14] Zeisel, S., u. R. Fanto: Z. Landw. Versuchswes. Österreich, **5**, 729 (1902).

Dr. R. Kretz, i. Fa. Röhm & Haas G.m.b.H., Darmstadt

Aus dem Institut für Bodenkunde und Standortslehre der Forstlichen Forschungsanstalt München

Die Bestimmung der Stickstoff-Isotopenhäufigkeit im Ammoniakstickstoff

Von

R. Hüser, K. Habfast und M. v. Bradke

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. Juni 1960)

I. Einleitung

Die Verwendung des Stickstoffisotops ^{15}N in chemischen, chemisch-physikalischen und biologischen Versuchen beginnt sich immer mehr durchzusetzen, sei es in Verbindung mit der Isotopenverdünnungs- oder mit der Markierungsmethode. Äußerst hohe Herstellungskosten ^{15}N-haltiger Präparate erlauben dabei nur einen sparsamen Verbrauch an Isotopenmaterial. Die Folge davon ist, daß in den meisten Fällen geringe Anreicherungen nachgewiesen werden müssen. Hier hat die massenspektrometrische Bestimmung der Isotopenhäufigkeit mit ihrer hohen Relativgenauigkeit wesentliche Vorteile gegenüber anderen Verfahren, wie z. B. der bandenspektrographischen Bestimmung, wenn man vom apparativen Aufwand absieht.

Zur massenspektrometrischen Bestimmung muß der Stickstoff in gasförmiger Verbindung vorliegen, am zweckmäßigsten jedoch als

elementarer N_2. In vielen Versuchen, besonders in biologischen, wird der Stickstoff als NH_3-Stickstoff isoliert. Den NH_3-Stickstoff oxydiert man relativ leicht mit NaOBr zu elementarem N_2. Im Massenspektrometer werden dann die Ionenströme der ionisierten Stickstoffmoleküle $^{14}N^{14}N$, $^{14}N^{15}N$ und $^{15}N^{15}N$ bei den Massen 28, 29 und 30 gemessen. Das Massenspektrometer trennt aber nur nach Massen und nicht nach Elementen oder deren Verbindungen. Deshalb sind vor der Messung alle Begleitgase zu entfernen, die auf den Massen 28, 29 und 30 erscheinen. Insbesondere muß das zu messende Stickstoffgas frei von Luft sein, weil die Restluft mit ihrem hohen Stickstoffanteil das Ergebnis stark verfälschen kann.

II. Prinzip

NH_3 reagiert mit NaOBr nach der Reaktionsgleichung

$$2\,NH_3 + 3\,NaOBr \rightarrow N_2 + 3\,H_2O + 3\,NaBr.$$

Neben elementarem N_2 entstehen außerdem N_2O (nach Hoch u. Weissner[4] etwa $2^0{}_0$ des gewonnenen N_2), O_2 und in saurer Lösung auch Br_2.

Während der Hypobromitreaktion stellt sich ein Gleichgewicht entsprechend folgender Reaktion ein:

$$^{14}N^{14}N + {}^{15}N^{15}N \rightleftharpoons 2\,{}^{14}N^{15}N \tag{1}$$

mit einer Gleichgewichtskonstante von

$$K = \frac{[^{14}N^{15}N]^2}{[^{14}N^{14}N]\,[^{15}N^{15}N]} = 4 \tag{2}$$

bei Raumtemperatur. Der Gehalt an schwerem Stickstoff, ausgedrückt in Atom-Prozent (At-$^0{}_0$), errechnet sich aus den Ionenströmen der Stickstoffmassen 28, 29 und 30 nach folgender Formel:

$$\text{At-}^0{}_0\,{}^{15}N = \frac{[^{14}N^{15}N]^+ + 2[^{15}N^{15}N]^+}{2\,([^{14}N^{14}N]^+ + [^{14}N^{15}N]^+ + [^{15}N^{15}N]^+)} \tag{3}$$

unter der Annahme gleicher Ionisierungswahrscheinlichkeit für die 3 Molekülarten. Wegen des eben genannten Gleichgewichts (2) genügt es, die Ionenströme der Massen 28 und 29 bzw. bei höheren Anreicherungen der Massen 29 und 30 zu messen. Dann gilt nach (2) und (3)

$$\text{At-}^0{}_0\,{}^{15}N = \frac{100 \cdot R}{2 + R} \qquad R = \frac{[^{14}N^{15}N]^+}{[^{14}N^{14}N]^+} \tag{4}$$

$$\text{At-}^0{}_0\,{}^{15}N = \frac{200}{2 + S} \qquad S = \frac{[^{14}N^{15}N]^+}{[^{15}N^{15}N]^+}. \tag{5}$$

Voraussetzung für die Anwendung der Formeln (4) und (5) ist, daß die Gleichgewichtsreaktion bei Raumtemperatur stattfindet und daß das Meßgas keinen Fremdstickstoff aus der Restluft enthält.

III. Methodik

Die Vorbereitung von Gasproben für die massenspektrometrische Analyse hat RITTENBERG[5] ausführlich beschrieben und später noch apparative Vereinfachungen angegeben[7]. In unserem Labor benutzen wir für die Hypobromitreaktion das abgebildete λ-förmige Gefäß (Abb. 1). Die gebogene Form der Schenkel verhindert die vorzeitige Vermischung der Reaktionslösungen (siehe Abschnitt IV). Vor der Oxydation des NH_3 zu N_2 muß das Gefäß evakuiert werden. Dabei bleibt immer ein bestimmter Stickstoffpartialdruck der nicht weggepumpten Luft zurück. Dieser Stickstoff verfälscht die Isotopenhäufigkeitsmessung vom NH_3-N.

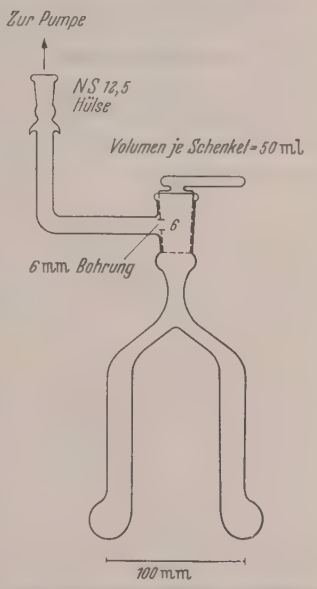

Abb. 1. Reaktionsgefäß zur Oxydation von NH_3 (λ-Gefäß)

Im Reaktionsgefäß liegen nämlich nach der Reaktion vor:

1. Der durch die Reaktion erzeugte Stickstoff (mit p_1 At-% ^{15}N).

2. Der Stickstoff der Restluft (mit p_2 At-% ^{15}N).

Beide Gemische sind für sich im Isotopengleichgewicht, setzen sich aber bei den gegebenen Temperaturen nicht untereinander ins Gleichgewicht.

Unter diesen Bedingungen mißt man ein Ionenstromverhältnis von

$$V_m = \frac{i_{29}}{i_{28}} = 2 \cdot \frac{p_1(100-p_1) + \sigma p_2 (100-p_2)}{(100-p_1)^2 + \sigma(100-p_2)^2}. \tag{6}$$

Diese Mischung hat dann einen Atomprozent-Wert von

$$p_m = \frac{p_1(100-p_1) + \sigma p_2(100-p_2)}{(100-p_1) + \sigma(100-p_2)} \tag{7}$$

wenn σ das Verhältnis des Luftstickstoffdruckes zum Druck des erzeugten Stickstoffs ist.

Der Fehler F in der Bestimmung ist

$$F(\%) = \frac{p_1 - p_m}{p_1} 100 = \frac{1}{p_1} \cdot \frac{\sigma(100-p_2)(p_1-p_2)}{(100-p_1) + \sigma(100-p_2)} \cdot 100. \tag{8}$$

Diese Beziehung ist für verschiedene σ-Werte in Abb. 2 graphisch dargestellt. Will man z. B. bei einer Anreicherung von 5 At-% den Fehler, der durch die Restluft verursacht wird, unter 0,1 % halten, so

muß $\sigma < 0{,}001$ sein. Da in dem λ-Gefäß in den meisten Fällen ca. 10 Torr Stickstoff erzeugt werden, genügt ein Pumpstand, der die Restluft auf 10^{-2} Torr wegpumpt. Diesen Wert hat auch Rittenberg[5] angegeben*.

Nach unseren Erfahrungen kommt man mit einem geringeren Endvakuum der Pumpen aus. Die Reaktionslösungen enthalten nämlich meistens noch gelöste Gase, in der Hauptsache Luft, und müssen deshalb durch Erhitzen entgast werden. Dabei durchspült gleichzeitig ein starker Wasserdampfstrom die Gefäße und treibt

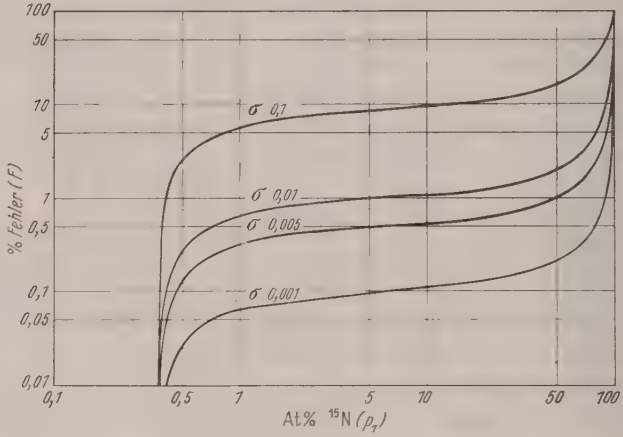

Abb. 2. Verfälschung des gemessenen Isotopenverhältnisses durch Restluft

auch die Restluft hinaus. Wir benutzten anfangs einen Vakuumpumpstand, ausgerüstet mit einer rotierenden Pumpe (Leybold, Vp 2), einer Diffusionspumpe (Leybold, Hg 12) und einer Ausfriervorrichtung. Der Anteil an Restluft war in keinem Fall höher, wenn wir die Gefäße nur mit der rotierenden Pumpe, auf Gasballast gestellt, evakuierten.

Die Hypobromitlösung für die Oxydation des NH_3 (siehe Abschnitt IV) soll nach Angaben von Rittenberg[5], kühl aufbewahrt, über Monate haltbar sein. Allerdings verliert sie nach unseren Erfahrungen schnell an Aktivität, so daß eine quantitative Umsetzung nur bei frisch hergestelltem Reagens gewährleistet ist. Mit einer 8 Tage alten Lösung konnten wir nur 70—80% des NH_3-N oxydieren. Eine möglichst quantitative Umsetzung ist für die spektrometrische Analyse dann notwendig, wenn sehr wenig NH_3-N vorhanden ist. Eine quantitative Umsetzung ist aber auch erwünscht, um etwa vorhandene kinetische Isotopie-Effekte auszuschalten.

* Aus Abb. 2 ersieht man auch, daß es nicht zweckmäßig ist, bei Anreicherungen über 5 At-% ^{15}N nur das Isotopenverhältnis $\frac{i_{29}}{i_{28}}$ zu messen, da der Fehler zu groß wird. Man muß dann das Isotopenverhältnis $\frac{i_{29}}{i_{30}}$ messen. Die σ-Kurven verlaufen bei entsprechender Darstellung umgekehrt. Meistens werden aber bei größeren Anreicherungen die drei Ionenströme i_{28}, i_{29} und i_{30} registriert und der Gehalt an ^{15}N nach Formel (3) errechnet.

Die während der Hypobromitreaktion entstehenden Nebenprodukte, zumindest die störenden Substanzen, lassen sich durch flüssige Luft ausfrieren. Es handelt sich um N_2O, um organische Restverbindungen aus unvollständigen Kjeldahl-Aufschlüssen von biologischem Material wie Methyl- oder Dimethylamin[5] sowie um CO_2, allgemein um Substanzen, die durch Abspaltung von H oder O auf den Massen 28, 29 und 30 erscheinen.

Außerdem wird während der Reaktion O_2 durch die katalytische Wirkung von Kupferspuren freigesetzt. Ein Zusatz von 0,1% KJ zur Hypobromitlösung verhindert die Bildung von O_2, wahrscheinlich durch Komplexbindung des Kupfers[6]. Die KJ-Zugabe ist erforderlich, wenn Sauerstoff als Maß für den Restluftanteil dienen soll (siehe Fehlerdiskussion).

Für die Messungen steht uns ein Atlas-CH3-Massenspektrometer zur Verfügung. Das Gerät erhielt nachträglich noch einen Meßprogrammwähler, eine Raumladungsstabilisierung zur Ausschaltung des Sauerstoff-Interferenzeffektes, sowie einen Carry-Vibrationsverstärker für ein spezielles Doppelauffänger-Meßverfahren[3].

Alle Proben mit weniger als 1 mg N und Anreicherungen von über 1 At-% werden mit dem Einzelauffänger-Verfahren gemessen, d. h. mit Hilfe des Meßprogrammwählers werden nacheinander die Ionenströme der Massen 28, 29, 30 und 40 registriert. Die Größe des Ionenstroms der Masse 40 (= Argon) dient zur Abschätzung des Fremdluftanteils in den Proben (siehe Fehlerdiskussion). Für Proben mit mehr als 1 mg N und geringen Anreicherungen kommt das Doppelauffänger-Meßverfahren zur Anwendung. Dieses Verfahren ist nicht nur um eine Größenordnung empfindlicher und genauer als das Einzelauffänger-Meßverfahren, sondern es bietet auch wesentliche Zeitersparnis. Eine Einzelauffänger-Messung erfordert ungefähr 1 Std Zeit, weil nach der Registrierung der Ionenströme die peak-Höhen ausgemessen werden müssen, ehe man aus dem Mittelwert von 10 Meßdurchgängen das Isotopenverhältnis errechnen kann. Für eine Doppelauffänger-Messung benötigt man dagegen nur etwa 10—15 min.

IV. Arbeitsvorschrift

a) NaOBr-Lösung. Man löst 200 g NaOH (Natriumhydroxyd reinst, in Plätzchenform) in 300 ml dest. Wasser, kühlt, gibt zur Hälfte dieser Lösung, die in einem Eisbad steht, unter heftigem Rühren 60 ml Brom p.a. über eine Zeitspanne von 10 min, fügt dann unter Rühren die andere Hälfte der NaOH-Lösung hinzu und bewahrt die Lösung im Eisschrank auf. Im Laufe der Zeit fällt festes NaBr, zum Teil in schaumiger Form aus, das abfiltriert werden kann. Kurz vor Gebrauch wird die Lösung mit dest. Wasser 1:1 verdünnt. 1 ml der NaOBr-Lösung reicht zur Oxydation von 10—12 mg NH_3 aus[5].

b) Ausführung der Reaktion. Die Meßlösung soll mindestens 0,5 mg N/ml in Form von NH_4Cl in 0,05 n Salzsäure enthalten. Man bringt 2 ml der Lösung in einen Schenkel des Reaktionsgefäßes, 5 ml der frisch verd. NaOBr-Lösung in den

anderen Schenkel und pumpt zunächst das Ansatzrohr des Gefäßes bei geschlossenem Hahn aus, wobei man etwaige Wasserreste durch Erwärmen (Fön) austreibt. Nach Öffnen des Hahnes pumpt man das Reaktionsgefäß mit Gasballast aus, wobei man beide Lösungen mit dem Fön abwechselnd aufkocht. Sie sollen deutlich sieden! (Gegebenenfalls hilft Schütteln etwas nach.) Starker Siedeverzug und hartes klingendes Anschlagen der Flüssigkeiten an die Glaswände zeigen nach einiger Zeit die gute Gasfreiheit an. Man pumpt das Reaktionsgefäß weitere 5—10 min aus, kocht die Lösungen nochmals kurz auf bis wieder Siedeverzug eintritt, schließt den Hahn und pumpt das Ansatzrohr zur Wasserentfernung allein unter Erwärmen gründlichst aus. Nach Belüften der Saugleitung nimmt man das Reaktionsgefäß ab, führt die Reaktion durch Umkippen herbei und erwärmt dabei leicht.

Nach der Reaktion hängt man das Gefäß an den Einlaßteil des Massenspektrometers und taucht die Schenkel in Dewar-Gefäße mit flüssiger Luft.

Die Auswahl der Meßmethode richtet sich, wie schon erwähnt, nach der Stickstoffmenge und dem Gehalt an ^{15}N. 2 Personen können auf diese Weise 15—20 Proben nach dem Doppelauffänger-Verfahren täglich analysieren und auswerten.

V. Fehlerdiskussion

Der Gesamtfehler der Methode setzt sich aus folgenden Einzelfehlern zusammen:

1. Schwankungen des Meßgerätes und Auswertefehler,
2. Fehler bei der chemischen Aufbereitung der Proben,
3. Schwankungen in der Gleichgewichtsreaktion zwischen $^{14}N^{14}N$ und $^{15}N^{15}N$,
4. Verfälschung der Messung durch Fremdgase.

Die Schwankungen in unserem Meßgerät [1.] sind vernachlässigbar klein. Sie gestatten eine Reproduzierbarkeit von 0,01% bei der Doppelauffänger-Messung und von 0,2% bei der Einzelauffänger-Messung. Auch die Fehler bei der chemischen Vorbereitung [2.] der Gasproben sind gering. Hierzu müßten noch die unter 3. aufgeführten Schwankungen des Isotopengleichgewichts gerechnet werden. Nach Literaturangaben ist die Gleichgewichtskonstante bei Raumtemperatur gleich 4. Sie ist in unserem Fall nicht immer 4, weil die Gleichgewichtsreaktion nicht bei konstanter Temperatur durchgeführt wird. Wie eine rechnerische Nachprüfung zeigt, liegt der durch die Schwankungen der Gleichgewichtskonstanten verursachte Fehler bei kleinen Anreicherungen innerhalb der Meßgenauigkeit. Da wir in unseren Versuchen nur Anreicherungen von weniger als 1% haben, prüften wir den Einfluß der Schwankungen des Isotopengleichgewichts bei höheren Anreicherungen nicht nach. Diese Schwankungen beeinflussen das Ergebnis allerdings nur dann, wenn die Isotopenhäufigkeit nicht aus den Ionenströmen i_{28}, i_{29} und i_{30}, sondern wie beim Doppelauffänger-Verfahren aus den beiden Ionenströmen i_{28} und i_{29} errechnet wird. Unter Berücksichtigung der Fehler 1.—3. beträgt die Reproduzierbarkeit des Doppelauffänger-Verfahrens 0,03%[3].

Die Messung kann durch Fremdgase verfälscht werden [4.], entweder, wenn andere Gase als Stickstoff auf den Molekülmassen des Stickstoffs

erscheinen, oder wenn durch Restluft im Reaktionsgefäß bzw. in den Zuleitungen des Massenspektrometers der zu messende Stickstoff mit Luftstickstoff vermischt wird. Die in Frage kommenden Fremdgase lassen sich bis auf die Restluft ausfrieren.

Der Stickstoffanteil der Restluft muß bei genauen Messungen ermittelt und das Ergebnis korrigiert werden. Zur Korrektur nimmt man am besten den Meßwert eines Gases, das in der Luft vorhanden ist, aber selbst nicht an der Reaktion teilnimmt. Von den wesentlichen Begleitgasen des Stickstoffs in der Luft eignet sich nur Argon[2] gut. Sauerstoff wird vielfach zur Restluftkorrektur benutzt[5,6]. Er nimmt aber an der Reaktion teil und wird durch die Kathode in der Ionenquelle beeinflußt (Gasaufzehrung). Kohlensäure verfälscht die Stickstoffmessung und wird vorher ausgefroren.

Mit dem Verhältnis des gemessenen Argon-Ionenstroms i_{40} zu dem gemessenen $^{28}N_2$-Ionenstrom i_{28} läßt sich nun das wahre i_{29}/i_{28}-Isotopenverhältnis ($= V$) berechnen, wenn V_0 das gemessene und V_L das Isotopenverhältnis des Restluftstickstoffs ist.

$$V = \frac{V_o - \alpha \cdot V_L \cdot \frac{i_{40}}{i_{28}}}{1 - \alpha \cdot \frac{i_{40}}{i_{28}}} \tag{9}$$

α ist das Stickstoff-Argon-Verhältnis der Restluft*, die sich aus verschiedenen Anteilen zusammensetzt:

1. aus der nicht weggepumpten Luft,
2. aus der von den Glaswänden des Reaktionsgefäßes desorbierten Luft,
3. aus der Luft, die noch in den Reaktionslösungen gelöst ist und erst bei der Reaktion frei wird.

Zumindest bei den Anteilen 2. und 3. ist das Verhältnis α nicht sicher gleich dem Stickstoff-Argon-Verhältnis der Luft, weil die Löslichkeiten und die Absorptionseigenschaften von Argon und Stickstoff nicht gleich sind, und weil wahrscheinlich gelöster und adsorbierter Stickstoff mit dem erzeugten Stickstoff reagiert. α muß also gesondert bestimmt werden.

Orientierende Versuche zeigten, daß der α-Wert von der Menge des insgesamt erzeugten Stickstoffs und vom Grad der Anreicherung abhängt. Zum Beispiel ist α um so kleiner, je weniger Stickstoff erzeugt wird.

Lediglich für die von uns meist verwendete Stickstoffmenge von 5 mg und bei Anreicherungen unter 1 At-% ^{15}N haben wir α genauer bestimmt. Man erhält $\alpha = 55 \pm 3$. Zum Vergleich sei der von uns bestimmte Wert für 0,01 mg erzeugten Stickstoffs (0,5 At-% ^{15}N) angegeben: $\alpha = 20 \pm 8$.

* Gemeint ist immer das Ionenstromverhältnis $[N_2]^+/[Ar]^+$, das auf Grund der größeren Ionisierungswahrscheinlichkeit des Argons kleiner ist als das Volumenverhältnis N_2/Ar der Luft.

Um bei Serienanalysen einen Überblick zu bekommen, welche Meßwerte zu korrigieren sind, kann man für einen bestimmten zulässigen Fehler p (%) für verschiedene Isotopenverhältnisse das zulässige i_{40}/i_{28}-Verhältnis y und daraus die zulässige peak-Höhe für Argon berechnen:

$$y = \frac{1}{\alpha} \cdot \frac{p}{\Delta + p}, \tag{10}$$

wobei $$\Delta = \frac{V_o - V_L}{V_o} \cdot 100 \text{ ist.}$$

Zusammenfassung

Zur Stickstoff-Isotopenhäufigkeitsbestimmung mit dem Massenspektrometer werden Erläuterungen gegeben und Erfahrungen mitgeteilt. Da in vielen chemischen und biologischen Versuchen der Stickstoff von anderen Substanzen als NH_3-N abgetrennt vorliegt, enthält die vorliegende Arbeit nicht nur prinzipielle Hinweise, sondern auch eine genaue Arbeitsvorschrift für die Umwandlung des NH_3-N zu elementarem N_2, die für die massenspektrometrische Bestimmung günstigste Stickstoff-Form. Ein besonderer Abschnitt behandelt die Fehlermöglichkeiten, wie Schwankungen des Meßgerätes, Auswertefehler, Fehler der chemischen Aufbereitung der Proben, Schwankungen in der Gleichgewichtseinstellung zwischen $^{14}N^{14}N$ und $^{15}N^{15}N$ und die Verfälschung des Meßergebnisses durch Fremdgase. Angaben von Formeln gestatten die Berechnung des benötigten Vakuums für die chemischen Vorarbeiten und die Korrektur des durch „Fremdstickstoff" verfälschten Meßergebnisses. Je nach dem Verfahren liegt die Reproduzierbarkeit der Bestimmung bei 0,2 bzw. 0,03%.

Das Massenspektrometer und weitere Hilfsmittel wurden dem Direktor des Instituts für Bodenkunde und Standortslehre, Herrn Prof. Dr. W. Laatsch, von der Deutschen Forschungsgemeinschaft für Untersuchungen über die nichtsymbiotische Bindung von Luftstickstoff in Waldböden freundlicherweise zur Verfügung gestellt. Für diese Unterstützung sei besonders gedankt.

Literatur

[1] Barnard, G. P.: Modern Mass Spectrometry. The Institute of Physics, London, 1953. — [2] Capindale, J. B., u. H. D. Tomlin: Nature (London) **180**, 701 (1957); vgl. diese Z. **162**, 200 (1958). — [3] Habfast, K.: Z. Instrumentenkunde **68**, 82 (1960). — [4] Hoch, M., u. H.-R. Weissner: Helv. chim. Acta **33**, 2128 (1950). — [5] Rittenberg, D., in: Wilson, D. W., A. O. C. Nier u. S. P. Reimann: Preparation and Measurements of Isotopic Tracers. J. W. Edwards, Ann Arbor, Michigan, 1948. — [6] Sims, A. P., u. E. C. Cocking: Nature (London) **181**, 474 (1958); vgl. diese Z. **164**, 446 (1958). — [7] Sprinson, D. B., u. D. Rittenberg: J. biol. Chemistry **180**, 707 (1949).

Dr. R. Hüser, München 13, Amalienstr. 52
Dr. K. Habfast, jetzt: Atlas-Werke A.G., Bremen, Abt. MAT

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Natrium, Kalium. A. Rokosz und M. Dyrek[1] haben mit Hilfe der mathematischen Statistik die Reproduzierbarkeit und die Genauigkeit der mikroskopischen Bestimmung von Na und K in den Gemischen ihrer Chloride nach dem Verfahren von J. Tokarski[2] untersucht. Das Verfahren beruht auf der Tatsache, daß sich die auf 0,08—0,06 mm zerkleinerten Kristalle der genannten Salze nach Einbetten in Kanadabalsam (verdünnt mit Toluol) bei mikroskopischer Beobachtung verschieden verhalten; beim Heben des Mikroskoptubus kommt es infolge der Verschiebung des Becke-Bandes zum Verdunkeln der KCl-Kristalle, während die NaCl-Kristalle hell bleiben, beim Senken des Tubus kehren sich die Verhältnisse um. Auf diese Art ist es möglich, die beiden Bestandteile des Gemisches in einem Flächenausschnitt des Beobachtungsfeldes auszuzählen und das so erhaltene Volumverhältnis der Komponenten durch Multiplizieren mit den Dichtezahlen auf das Gewichtsverhältnis umzurechnen. Die Brauchbarkeit der Methode hängt in erster Reihe von der Anzahl der identifizierten Kristalle ab. Der absolute Wert der Standardabweichung der Bestimmung beträgt bei Identifizierung von 100 Kristallen 4,4%, er sinkt also beim Identifizieren von 100 n Kristallen auf 4,4/$\sqrt{n}$%. Die Verfasser empfehlen für eine Bestimmung die Auszählung von mindestens 300 Kristallen; der Wert der Standardabweichung beträgt dann 2,5% (relativer Fehler $\pm 2 \cdot 2{,}5 = \pm 5$%), was auch experimentell bestätigt wird. Daraus läßt sich weiter auch schließen, daß sich das Verfahren zur Bestimmung der Alkalimetalle in Mineralien mit niedrigem Alkaligehalt eignen wird. Der systematische Fehler des Bestimmungsverfahrens ist beim Mengenverhältnis KCl:NaCl = 1:1 am kleinsten.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 705—713 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Kraków (Polen). — [2] Tokarski, J.: Bull. Intern. de l'Acad. Sci. **A**, 4 (1939); **A**, 107, 231 (1947). M. Hřivnáč

Rubidium. T. E. Shellenberger, R. E. Pyke, D. B. Parrish und W. G. Schrenk[1] berichten über die *flammenphotometrische Rubidiumbestimmung mit einer Acetylen-Sauerstoffflamme* und die *Störeinflüsse von Kalium, Natrium, Calcium und Magnesium* auf diese Bestimmung. Bei beiden Rubidiumlinien (bei 780 und 795 nm) wird bei Verwendung eines Beckman DU-Spektralphotometers mit einer Spaltbreite von 0,03 mm die Untergrundintensität in Gegenwart von Kalium durch die Kaliumlinien 766 und 770 nm angehoben. Diese Störung kann durch eine Untergrundkorrektur beseitigt werden. Außerdem wird aber auch noch die Rubidiumemission selbst beeinflußt und die Verff. schlagen vor, Kalium im Überschuß als Puffer zuzusetzen, da bei höheren Kaliumgehalten der Einfluß auf die Rubidiumemission sich einem Grenzwert nähert und auch andere Einflußgrößen weitgehend ausgeschaltet werden. Eine weitere Steigerung der Reproduzierbarkeit kann durch die Verwendung von *Lithium als Referenzelement* erzielt werden, da die Lithiumlinie bei 671 nm auf Änderungen im Kaliumgehalt ähnlich reagiert wie die Analysenlinie. Damit schlagen die Verff. vor, für Rubidiumanalysen im Konzentrationsbereich von 0—0,16 mg/ml 30 mg Kalium/ml und 0,001 mg Lithium/ml zuzusetzen. Natriumkonzentrationen bis 10 mg/ml heben die Rubidiumintensität leicht an. Calcium übt keinen Einfluß aus und Magnesium im Überschuß (60 mg/l bzw.

180 mg Li ergibt eine Senkung der Rubidiumintensität. Wie an synthetischen Proben gezeigt wird, werden diese Störungen jedoch ebenfalls durch den Kaliumüberschuß und das Referenzelement beseitigt.

[1] Analyt. Chemistry **32**. 210—213 (1960). Kansas Agricult. Exp. Station, Manhattan, Kan. (USA). F. Rosendahl

Silber. *Die Eignung der potentiometrischen Chromatographie* nach B. Kamieński[1] zur Feststellung von Silberspuren hat J. Machaczka-Janikowa[2] untersucht. Die zu diesem Zweck benutzte Anordnung setzt sich zusammen aus einer mit Aluminiumoxyd gefüllten Säule (Höhe 40 mm, Innendurchmesser 7 mm), an deren Austritt sich ein Meßelement befindet (Meßelektrode: glatte Zinn-Elektrode, die in das Eluat aus der Chromatographiesäule taucht; Vergleichselektrode: Antimonelektrode, die in eine Brücke mit 0,1 n KCl-Lösung taucht) und aus einem Quadrantelektrometer zur Messung der Potentialdifferenzen. Das als Säulenfüllung verwendete Aluminiumoxyd soll nach Auswaschen mit Wasser keine basische Reaktion aufweisen; die Säule wird mit 0,005 n Essigsäure bis zur Einstellung des Gleichgewichtspotentials an der Zinn-Meßelektrode ausgewaschen (Strömungsgeschwindigkeit 40 ml St.). Gibt man der 0,005 n Essigsäure etwas $AgNO_3$-Lösung zu, so erscheinen die Silberionen (von dem Adsorbent an der Säule nicht zurückgehalten) praktisch augenblicklich im Eluat, wo sie einen Potentialsprung von bis zu 700 und mehr mV verursachen. Die festgestellten Werte des Potentialsprungs für Ag-Konzentrationen von 10^{-6} bis 10^{-3} n geben in logarithmischer Darstellung eine Gerade, deren Verlauf durch die empirische Gleichung $V = 1129 - 120 \log c$ ausgedrückt werden kann, worin V den Maximalwert des Potentials für die Konzentration c bedeutet. Da die Silberionen aus der beschriebenen Chromatographiesäule völlig ausgewaschen werden, kann die angeführte Arbeitsart zur Beurteilung der Konzentration und der Auswaschungsgeschwindigkeit der Silberionen bei der Elutionsanalyse herangezogen werden.

[1] Kamieński, B.: Rozprawy PAU. Dział A. Seria III **74**. 1 (1949). — [2] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 697—703 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Kraków (Polen). M. Hřivňáč

Die Titration von Ag^+ und Cu^{2+} nebeneinander führen F. Sierra und G. Asensi[1] aus, indem sie den Komplex Cu^{2+}-PAN [1-(1-Pyridyl-azo-)2-naphthol] als Indicator verwenden[2]. Zunächst wird Ag^+ mit Jodid titriert. Die Probelösung wird mit einigen Tropfen 0,025%iger alkoholischer PAN-Lösung versetzt, auf pg 2 gebracht und mit Kaliumjodidlösung titriert. Der entstehende Niederschlag ist gelb, die Lösung rosaviolett. Im Äquivalenzpunkt wird die Lösung klar grün. Der Niederschlag färbt sich zart grün und die Lösung bleibt farblos. — Dann folgt die Bestimmung von Cu^{2+} mit ÄDTA. Man gibt nochmals 2 Tr. 0,1%ige PAN-Lösung zu. Die Lösung wird rotviolett. Bei Zugabe der ÄDTA-Lösung wird die Lösung schwach grünstichig blau, der Niederschlag violett. Der Umschlag ist scharf. Die blaue Lösung wird hellgrün, der hellviolette Niederschlag gelb-orange.

[1] An. Soc. españ. Física Quím., Ser B **55**, 797—802 (1959). Inst. „Alonso Barba" del Patronato „Juna de la Ciervas" Invest. Tecnica, Murcia (Spanien). — [2] Flaschka, H., u. H. Abdine: Chemist-Analyst **45**. 58 (1956); vgl. diese Z. **156**. 357 (1957). Irmgard Pfitzer

Die Bedingungen zur genauen Bestimmung von Calcium und Magnesium mit ÄDTA werden von L. L. Lewis und L. M. Melnick[1] eingehend untersucht. Alle p. a. Reagentien (Magnesiumoxyd, Calciumoxyd, Zink, Kupfer, Dinatrium-ÄDTA) werden nochmals umgefällt und besonders gereinigt. Zur Einstellung der ÄDTA-Lösungen werden wegen des sehr exakten Umschlagspunktes Zink- und

Kupferlösungen verwendet. Calcium plus Magnesium werden in bekannter Weise (p_H 10) mit Eriochromschwarz T bis zum völligen Verschwinden der roten Farbe nach Blau titriert, Calcium allein wird in der Magnesium-Calciumprobe (p_H 12,5) mit *Calcon (o,o'-Dihydroxyazonaphthalin-p-sulfonsäure)* oder mit *Cal-Rot [2-Hydroxy-1-(2-hydroxy-4-sulfo-1-naphthylazo)-3-naphtoesäure]* bis zum blaugrünen Farbumschlag titriert. Für die gemeinsame Calcium-Magnesium-Titration ist es wichtig, nahe dem Endpunkt tropfenweise bis zum Farbumschlag nach Blau zu titrieren. Die oftmals beobachtete Über- oder Untertitration von Calcium in Gegenwart von Magnesium bei p_H 12,5 beruht teils auf einer Adsorption von Calcium, teils auf einer Adsorption des Indicators an Magnesiumhydroxyd. Man kann diese Fehler vermeiden, indem man vor Zugabe der Pufferlösung (200 g NaOH in 800 ml Wasser lösen; nach Abkühlen 13 g Kaliumcyanid zugeben und auf 1000 ml auffüllen) etwa 95% der benötigten stöchiometrischen ÄDTA-Lösung hinzugibt, nach dem Abpuffern einige Minuten wartet, bis der Magnesiumhydroxydniederschlag grobkristallin geworden ist, und dann nach Zugabe des Indicators bis zum Endpunkt titriert. Bei dieser Arbeitsweise stimmen die vorgegebenen mit den gefundenen Werten ausgezeichnet überein. Bei der Überprüfung von Standardproben (*Kalkstein* und *Dolomit*) ergibt die ÄDTA-Methode für Calcium 0,2 – 0,4% weniger als das klassische Verfahren (Oxalat-Permanganat). Verff. führen diese Diskrepanz auf einen systematischen Fehler bei der Oxalatfällung zurück. Alle Titrationen wurden mit 0,01 m Lösungen bei Vorgabe von etwa 0,2 mMol Kation in 100 ml und 5 ml der üblichen Pufferlösungen durchgeführt.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 38–42 (1960). U.S. Steel Corp., Monroeville, Pa. (USA).
H. Specker

Eine indirekte colorimetrische Bestimmungsmethode von Bor ermöglicht nach R. H. Campbell und M. G. Mellon[1] die Reduktion des Borat-Molybdat-Fluoridkomplexes mit Zinn(II)-chlorid zu Molybdänblau. Von Substanzen, die stabile Fluorokomplexe oder Heteropolysäuren bilden und dadurch stören, kann das Bor durch Destillation als Methylester getrennt werden. Das Verfahren eignet sich für 0,1 – 2,5 mg B in 50 ml. – *Ausführung.* Die Probelösung mit mindestens 0,1 mg Bor bringt man auf p_H 7 und stellt ein solches Volumen ein, daß in 10 ml 0,1 – 2,5 mg Bor enthalten sind. 10 ml dieser Lösung versetzt man mit 10 ml Pufferlösung (siehe unten) und 6 ml Molybdat-Fluoridlösung, hergestellt durch Mischen von 1 Volumteil 0,1 m Natriummolybdatlösung mit 2 Volumteilen 0,2 m Kaliumfluoridlösung. Man verdünnt auf 48 ml, gibt 2 ml frisch bereitete Zinnchloridlösung (2,5 g $SnCl_2 \cdot 2\,H_2O$ + 10 ml konz. Salzsäure in 500 ml) hinzu, mischt und mißt nach 40 min die Extinktion in einer 1 cm-Zelle bei 750 nm gegen Wasser. Mit den Reagentien wird in gleicher Weise ein Blindwert ermittelt. Die Werte entnimmt man einer Eichkurve. – Zur *Darstellung der Puffermischung* löst man 14,2 g $CH_3ClCOOH$ in 60 ml Wasser, stellt mit 6 n Natronlauge p_H 2,2 ein und verdünnt auf 100 ml.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 50–54 (1960). Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA).
G. Denk

Zur Schnellbestimmung des Aluminiumgehaltes mittels Hochfrequenz-Titration benutzen E. Pungor und E. É. Zapp[1] das Titrimeter von Pungor[2], versetzen mit einem Überschuß an Bariumhydroxydlösung und titrieren den unverbrauchten Rest mit Essigsäure zurück. Bei dieser Rücktitration bildet sich eine Barium-Essigsäure-Pufferlösung, welche Aluminat nicht zersetzt. Das Aluminium ist also am Titrationsende als Aluminat vorhanden. Wegen der Empfindlichkeit der Bariumhydroxydlösung gegen Kohlensäure wird die zu titrierende Aluminiumsalzlösung ausgekocht, in einem Becherglas entsprechender Größe in das Titrimeter gestellt, befestigt und die Titration bei kräftigem Rühren ausgeführt. Von der

0,1 n Bariumhydroxydlösung werden kleine Anteile so lange zugesetzt und der Stand des Zeigers am Meßinstrument notiert, bis die Titrationskurve waagerecht oder nahezu waagerecht verläuft. Nachdem die freie Säure so gebunden ist, läßt man Bariumhydroxydlösung zufließen, bis der Zeiger stark ausschlägt, und gibt dann noch so ebensoviel zu als im ganzen ohne den Bedarf zur Bindung der Säure zugefügt worden ist. Hierdurch ist Aluminium in Aluminat übergeführt worden. Das überschüssige Bariumhydroxyd wird nun mit 0,1 n Essigsäure gemessen, d. h. die Lösung wird so lange mit Essigsäure versetzt, bis die Titrationskurve wieder waagerecht geworden ist. Wenn die Lösung sulfathaltig ist, werden anfangs die Anteile der Bariumhydroxydlösung in größeren Zeitabständen zugegeben, damit sich die Bariumsulfat-Kristallkeime ausbilden können. In Gegenwart von Eisen fällt Eisen(III)-hydroxyd aus; infolge dessen Adsorptionsfähigkeit ergeben sich höhere Aluminiumwerte. Ist der Eisengehalt kleiner als $^1/_{20}$ der Aluminiummenge, eignet sich die Methode noch für Betriebsanalysen; Eisen wird z. B. mit α,α′-Dipyridyl bestimmt, der gefundene Gehalt wird zur Korrektion des Aluminiumwertes benützt.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **65**, 436—439 (1959) [Ungarisch]. (Mit engl. Zus. fass.) Univ. Budapest. — [2] Diese Z. **154**, 1 (1957). J. Plank

Cyanid. Y. Tanaka und S. Yamamoto[1] berichten, daß man noch *0,05 μg Cyanid* in 0,1 ml Lösung, die neutral oder alkalisch sein kann, mit Hilfe von Quecksilber(II)-diphenylcarbazid-Papier nachweisen kann. Die purpurne Färbung des Papiers geht dabei in Rosa über. Zum Nachweis wird das mit Natronlauge befeuchtete Papier in ein Gefäß zum Nachweis kleiner Gasmengen gehängt. Das Gefäß ist 5 cm lang und hat 1,2 cm ⌀, ist oben mit einem Schliff versehen, in den ein 2 cm langes Rohr von 0,3 cm ⌀ mit dem hereingehängten Papier paßt. Nach Zusatz von Natriumhydrogencarbonat wird die Probe vorsichtig erhitzt. — Bei 2—10 μg Cyanid ist die Länge der Rosafärbung des Papieres dem Cyanidgehalt proportional, so daß eine Bestimmung auf ± 0,5 μg genau möglich ist. Sulfid und Hexacyanoferrat(III) stören. Man setzt dann Cadmiumnitrat zu. Bei Anwesenheit von Jodid muß zur Cyanidabtrennung destilliert werden.

Nach weiteren Versuchen von Y. Tanaka und S. Yamamoto[2] lassen sich *30—140 μg Kaliumcyanid* volumetrisch mit *0,0001 m Quecksilber(II)-nitratlösung* auf ± 1,3 μg genau bestimmen, wenn eine Lösung von *Kupfer(II)-diäthyldithiocarbaminat in Tetrachlorkohlenstoff* als Indicator zugesetzt wird. Am Endpunkt der Titration wird die braune Tetrachlorkohlenstoffschicht entfärbt. Halogenionen und organisches Material stören. Durch Wasserdampfdestillation soll sich die Störung umgehen lassen.

[1] Jap. Analyst **9**, 8—12 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Kumamoto (Japan). — [2] Jap. Analyst **9**, 6—8 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Klaus Brodersen

Amperometrische Bestimmung von Zinn mit Kupferron. S. S. Yamamura, J. E. Rein und G. L. Booman[1] haben die Komplexbildung von Zinn mit Kupferron (1:4-Komplex) zur amperometrischen Zinn-Bestimmung verwendet. — *Vorschrift.* 5 ml der Zinnprobe ($2 \cdot 10^{-5}$ bis $1{,}2 \cdot 10^{-4}$ Mol entsprechend) werden in 10 ml Schwefelsäure (1:1) aufgenommen und mit 40 ml 4 m Ammoniumsulfatlösung versetzt. Nach Begasen mit Stickstoff (10 min) wird an der Quecksilbertropfelektrode bei −0,84 V gegen die Silberchlorid- oder Kalomel-Elektrode mit 0,05 m Kupferronlösung (3,8790 g in 500 ml) titriert, indem nach jeder Zugabe von 0,25 bis 0,50 ml 30 sec mit Stickstoff durchperlt und 1—2 min lang die Einstellung des Gleichgewichts abgewartet wird. Im Vergleich mit jodometrischen Bestimmungen werden bei Einwaage von $9{,}707 \cdot 10^{-5}$ Mol 99,9% wiedergefunden mit einer Fehler-

breite von 0,5% bei 9 Bestimmungen. Elemente wie Sb, Bi, Cu, Fe, Mo, Nb, Ti oder Zr, die ebenfalls mit Kupferron reagieren, fälschen die Ergebnisse natürlich, auch Phosphat-, Citrat- und Tartrationen dürfen in der Lösung nicht enthalten sein. Bei Anwesenheit von Wolframat fallen die Ergebnisse zu hoch aus. Chlorid und Fluorid dürfen in größerer Menge nicht anwesend sein. Selbst die 10fache Menge Al, Ce, Co, Cr, La, Mg, Ni oder Zn ist ohne Einfluß, Hg, Pb und UO_2^{2+} sind nur in geringerer Menge zulässig.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1868–1870 (1959). Phillips Petroleum Co., Idaho Falls, Idaho (USA). K. Cruse

Nitrat. Ph. Mechelynck und C. Mechelynck-David[1] stellen fest, daß *Nitrationen in Gegenwart von Zirkonium an der Quecksilbertropfelektrode eine katalytische Stufe anzeigen*, die zu ihrer quantitativen *polarographischen Bestimmung* verwendet werden kann, wenn in etwa 10^{-3} m Zirkonyllösung bei pH 2 (mit HCl und NaOH eingestellt) und in 0,1 m Natriumchloridlösung gearbeitet wird. Die Höhe der Stufe bei etwa −1,00 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode ist dem Nitratgehalt in 10^{-6} bis $5 \cdot 10^{-3}$ m Nitratlösungen proportional. Der Reaktionsmechanismus wird in eingehender Untersuchung als eine durch Zr^{4+}-Ionen katalysierte Reduktion des Nitrats gedeutet ($ZrO^{2+} + 2H^+ = Zr^{4+} + H_2O$).

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 432–439 (1959). Centre Étude Énergie Nucléaire C.E.N., Mol (Belgien). K. Cruse

Eine spektralphotometrische Bestimmung von Nitrat oder Salpetersäure in wäßrigen Lösungen beschreiben H. Hamaguchi, R. Kuroda, M. Yoshida und N. Onuma[1]. Man photometriert in 1 cm-Quarzzellen bei 302 nm gegen eine Vergleichslösung bekannten Gehaltes. Das Beersche Gesetz ist bis zu 0,5 n Lösungen herauf gültig (~ 30 mg Nitrat/ml).

[1] Jap. Analyst **9**, 53–58 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tokyo Univ. of Education (Japan). Klaus Brodersen

Zur colorimetrischen Bestimmung von Nitrat gibt man nach J. López-Ritas[1] in ein 50 ml-Meßkölbchen 1 ml der zu bestimmenden Lösung, verdünnt mit 10%iger Essigsäure auf 40 ml, gibt 2 ml Reagenslösung aus 0,25 g α-Naphthylamin und 0,25 g Sulfanilsäure in 100 ml 10%iger Essigsäure zu, füllt auf und gibt in einen 100 ml-Kolben, der 120 mg eines Gemisches aus 100 g Bariumsulfat + 1 g Zinkstaub + 10 g Mangan(II)-sulfat enthält. Man schüttelt kräftig durch und läßt 6–7 min stehen. Die rote Lösung wird in die Küvetten des Elektrophotometers dekantiert und die prozentuale Durchlässigkeit mit dem Blaufilter 435 gemessen. An Hand einer Eichkurve wird der Nitrat-Gehalt ermittelt.

[1] Inform. Quím. analít. **13**, 175–177 (1959). Servicio Shell agric. Seccion suelos. Cagua (Venezuela). Irmgard Peitzer

Eine Methode zur Bestimmung von 1–10 μg Phosphat beschreiben A. A. Hirata und D. Appleman[1]. Da der Methode von D. N. Bernhart und A. R. Wreath[2] die nötige Empfindlichkeit, z. B. zur Bestimmung von 1–10 μg Phosphor in Pflanzenmitochondrien und in Mikroorganismen wie Tetrahymena und Chlorella, fehlt, untersuchen die Verff. die Faktoren, die die Bildung des Phosphormolybdatkomplexes beeinflussen und erzielen durch Verändern der Konzentration der Reagentien und durch Messen bei einer anderen Wellenlänge eine 15fache Steigerung der Empfindlichkeit. Dann ergibt die Bestimmung von 6 Proben mit je 5 μg Phosphor eine mittlere Absorption von 0,324 ± 0,001; die Genauigkeit beträgt 0,3%. – *Ausführung.* 3,3 ml einer *anorganischen Phosphatlösung* werden in

einen 10 ml-Meßkolben pipettiert, 0,3—0,6 ml 70%ige Perchlorsäure hinzugefügt und die Lösung mit Wasser auf 4 ml verdünnt; dann wird sie mit 2,0 ml Molybdatreagens (siehe unten) gut vermischt, 4,0 ml eisgekühltes Aceton werden zugegeben, man füllt mit Wasser auf 10 ml auf und verschließt das Gefäß. Man kann auch nur 3 ml Aceton zugeben, darf aber dann nicht mehr als 0,4 ml Perchlorsäure verwenden. Mit einem Beckman DU-Spektrometer mißt man die Absorption bei 320 nm. Die Absorption des Komplexes bleibt 8 Std lang konstant. Ist der Phosphorwert $> 4\ \mu g/10$ ml, so steigt die Absorption in 8 Std um 3% an. — *Organisches phosphorhaltiges Material*, z. B. *Ribose-* und *Desoxyribose-Nucleinsäuren* werden zuerst 40 min lang bei 203° C mit 70%iger Perchlorsäure hydrolysiert. — *Ausführung.* Man fügt zu 2—4 ml eines Extraktes mit 1—10 μg Phosphor 0,33—0,66 ml 70%ige Überchlorsäure hinzu und erhitzt 40 min lang auf 203° C. Die klare Lösung bringt man dann auf 4 ml und behandelt sie wie die anorganische weiter. Die besten Arbeitsbedingungen sind: Acetonkonzentration zwischen 30 und 40 Vol-%; Raumtemperatur; Perchlorsäurekonzentration nicht höher als 0,70 n; wo höhere $HClO_4$-Konzentrationen nötig sind, kann man bis zu 0,3 ml etwa 11 n Ammoniak je 10 ml Gesamtvolumen zufügen. Eventuelle Störungen durch andere Bestandteile wurden mit Avocado-Fruchtextrakt untersucht. Ein Gemisch aus Avocadofrucht und phosphorhaltiger Substanz, das mit Aceton extrahiert und pulverisiert wurde, wurde mit n Überchlorsäure bei 70° C 20 min extrahiert und abzentrifugiert. 3 ml der überstehenden Lösung wurden 40 min mit 0,5 ml 70%iger Überchlorsäure auf 203° C erhitzt, und ein Phosphorgehalt von 6,22 μg/3 ml wurde gefunden. 3 ml der überstehenden Lösung wurden mit 4,5 μg Phosphor als KH_2PO_4 versetzt, und der Phosphorgehalt wurde nach 40 min Erhitzen auf 203° C bestimmt. Die Ausbeute an dem zugefügten Phosphor betrug 94,2—96,7%. — *Molybdatreagenslösung.* 1,545 g Ammoniummolybdat $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4\,H_2O$ werden in 400 ml dest. Wasser mit 0,8 ml 70%iger Perchlorsäure gelöst und mit Wasser auf 1 l verdünnt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2097—2099 (1959). Univ. Los Angeles, Calif. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **27**, 440 (1955); vgl. diese Z. **149**, 289 (1956).

Liselott Johannsen

Antimon, Arsen. K. Ueno und T. Tachikawa[1] haben die *Eignung der Bimetallelektroden Pt-Ni, Pt-Ag, Pt-W und Pt-Sb* bei der *potentiometrischen Titration von Sb^{III} und von As^{III} mit 0,1—0,001 n Jodlösungen* geprüft und festgestellt, daß sich 3—300 mg Sb^{III} bzw. 1,2—120 mg As^{III} in 50 ml an den drei erstgenannten Bimetallelektroden zuverlässig titrieren lassen. An Pt-Ag werden S-förmige Titrationskurven, im übrigen solche mit einer Spitze erhalten. Die Pt-Sb-Elektrode ist nur in 0,1 n Lösung verwendbar, liefert dann aber Ergebnisse, die auf 0,1 bzw. 0,5% genau sind. Hingewiesen wird auf die hohen Potentialsprünge bei Titration mit 0,01 n Lösung, die jene bei Titration mit 0,1 n Lösung überragen.

[1] Jap. Analyst **8**, 572—576 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Muroran Univ. of Engng. (Japan). K. Cruse

Eine spektrophotometrische Methode der Vanadiumbestimmung, die auf der Bildung einer Heteropolysäure von Wolfram(VI) und von Vanadium(V) im Verhältnis 3:1 beruht, haben G. W. Wallace und M. G. Mellon[1] ausgearbeitet. Die Bestimmung wird nicht gestört durch bis zu 100 mg Al, B als BO_3^{3-}, Br^-, Cl^-, ClO_4^-, Co^{2+}, Na^+, NO_3^-, SO_4^{2-}, Wo_4^{2-}, Zn^{2+}, 75 mg Cu^{2+}, Cd^{2+}, J^-, 55 mg Ni^{2+} 45 mg NH_4^+, 25 mg Mg, 5 mg $C_4H_4O_6^{2-}$, 3 mg SiO_3^{2-}, je 1 mg GeO_4^{2-}, MoO_4^{2-} $C_2O_4^{2}$, PO_4^{3-}, je 0,25 mg AsO_4^{3-} und Fe^{3+}. Pb, Bi, Ba, Ag und Cr^{III} geben unlösliche Wolframate bzw. Vanadate und müssen abwesend sein. Vergleichsanalysen von 3 verschiedenen *Stahlproben* mit 0,23, 0,97 und 2,0% V zeigten befriedigende Übereinstimmung mit den Sollwerten, die Standardabweichung lag je nach Gehalt

zwischen 0,012 und 0,052%. — *Ausführung.* Eine Einwaage, die 0,05—2 mg Vanadium enthalten kann, wird in 15 ml Salzsäure (2:1) gelöst und mit Salpetersäure (1:1) tropfenweise vorsichtig oxydiert. Dann werden 5 ml Salpetersäure im Überschuß zugesetzt, die Lösung wird erhitzt, bis alle schwarzen Rückstände gelöst sind, etwas abgekühlt, mit 5 ml 70%iger Perchlorsäure versetzt und zum Rauchen erhitzt. Nach dem Abkühlen wird auf 25 ml verdünnt und solange tropfenweise mit einer molaren Bleiperchloratlösung versetzt, bis die Fällung der Cr- und Mo-Verbindungen vollständig ist. Durch Zugabe einiger Tropfen verd. Schwefelsäure wird der Überschuß an Blei als Sulfat ausgefällt. Der Niederschlag (SiO_2, WO_3, $PbCrO_4$ und $PbSO_4$) wird abfiltriert, zum Filtrat etwa die 2,25fache Menge der Einwaage Natriumfluorid zugefügt, der p_H-Wert auf etwa 2 eingestellt, 5 ml 2%ige Natriumwolframatlösung zugegeben, der p_H-Wert auf 2,0 ± 0,2 korrigiert, die Lösung in einen 50 ml-Meßkolben übergespült, aufgefüllt und 30 min stehen gelassen. Die Messung erfolgt in 10 mm-Küvetten bei 392 nm gegen eine Kompensationslösung aus 5 ml 2%iger Natriumwolframat-Lösung und 2,5 ml 0,5 n Schwefelsäure in 50 ml. Die Einmeßkurve wird mit steigenden Mengen Vanadat-Testlösung (0,1 mg V/ml) aufgestellt und reicht von 0—2 mg V/50 ml, indem man zu jeder Lösung 5 ml Natriumwolframat-Lösung und 10 ml Wasser gibt, den p_H-Wert auf 2,0 ± 0,2 einstellt, in 50 ml-Meßkolben überspült und, wie oben beschrieben, weiterverfährt. Die Färbung ist 24 Std beständig.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 204—207 (1960). Purdue Univ. Lafayette, Ind. (USA). H. Pohl

Wolfram läßt sich nach C. C. Miller und D. H. Thow[1] als *Tristri-n-butylammonium-12-wolframphosphat* in 0,25—2 n salzsaurer Lösung gravimetrisch bestimmen. Statt Salzsäure kann auch Schwefelsäure oder Salpetersäure, jedoch nicht Perchlorsäure verwendet werden. Mo, V und größere Mengen Cr stören. Mit anderen organischen Basen, wie Chinolin, Isochinolin, 2,4-Dimethylchinolin, 8-Hydroxychinolin, 5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin, Benzylphenyldimethylammoniumchlorid, Cetyltrimethylammoniumchlorid, 4,4'-Tetramethyldiaminobenzophenon, Tri-n-butylamin und Cinchonin wurden keine befriedigenden Werte erhalten. — *Ausführung.* Man bringt 50 ml der Probelösung, die 10—200 mg W als Natriumwolframat und mindestens 85 mg PO_4 als Dinatriumphosphat enthalten sollen, mit 6 n Salzsäure auf etwa p_H 2, fügt noch weitere 4 ml hinzu und verdünnt auf 100 ml. Dann erhitzt man zum Sieden, gibt unter Rühren 10 ml 2%ige Tri-n-butylammoniumchloridlösung (siehe unten) hinzu, erhitzt 15 min weiter, kühlt entweder mit Eiswasser oder läßt über Nacht kalt stehen, filtriert, wäscht mit möglichst wenig kalter 0,1%iger Tri-n-butylammoniumchloridlösung und etwas kaltem Wasser, trocknet 2 Std bei 210° C und wägt. — *Tri-n-butylamin* reinigt man entweder durch 2malige Destillation bei Atmosphärendruck (206—209° C) oder besser durch Vakuumdestillation bei 10 mm (83—88° C). Zur Darstellung der 2%igen Reagenslösung neutralisiert man das Amin mit der eben ausreichenden Menge verdünnter Salzsäure.

[1] Analyst **84**, 440—446 (1959). Univ. Edinburgh (Schottland). G. Denk

Fluorid. *Die Mikrobestimmung von 1—20 µg* erreichen H. Stegemann und G. F. Jung[1] durch die *photometrische Messung der Entfärbung des Thorium-Alizarin-Farblacks* nach vorausgegangener Abtrennung des Fluors durch Diffusion in Form von Fluorwasserstoff. Die Diffusionszelle aus Polyäthylen ist eingehend beschrieben. — *Arbeitsweise.* Die feste oder flüssige Probe mit 1—20 µg F wird auf den Boden des Diffusionsgefäßes gegeben, störendes Chlorid durch Zugabe von Silberperchlorat eliminiert, mit einer Pinzette der Polyäthylenständer eingesetzt und in diesen ein etwa 10 min mit 1 n Natronlauge getränkter Polyvinylchloridpapierstreifen (35×10 mm, Rhovyl, Schl. & Sch.) eingeschoben. Nach dem Zupipettieren von

5 ml eiskalter 70%iger Perchlorsäure wird die Zelle sofort verschlossen. Das Diffusionsvolumen kann einschließlich der Perchlorsäure 9 ml betragen, zweckmäßig sind 6,5 ml. Bei der *Untersuchung von organischen Substanzen* (z. B. gefriergetrocknetes *Serum*) werden 10 g trockenes Material zunächst im Platintiegel mit 75 mg Magnesiumacetat in 5 ml Wasser versetzt und eingetrocknet. Die Temperatur wird allmählich im elektrischen Ofen auf höchstens 500° C gesteigert und 2 Std hier gehalten. Die Asche wird wie oben beschrieben weiterbehandelt. — Nach 16 Std im Trockenschrank bei 50° C ist die Diffusion vollständig. Der PVC-Streifen wird in ein Reagensglas mit 2 ml Wasser gegeben und 1 Tr. 0,1%ige wäßrige p-Nitrophenollösung zugefügt. Die nunmehr gelbe Lösung wird sehr sorgfältig mit 0,05 m Perchlorsäure aus einer Mikrobürette neutralisiert (etwa 0,4 ml Verbrauch), mit 2 ml Farbreagens (siehe unten) versetzt und mit Wasser auf 5 ml ergänzt. Tritt keine Gelbfärbung auf, ist der Receptor sauer und wird verworfen. Nach 60 ± 10 min wird in 1 cm-Küvetten mit Filter S 53 (Zeiß, Elko II) gegen die Bezugslösung mit 30 μg F/5 ml (siehe unten) gemessen. Die Fehler betragen je nach Fluoridmenge ± 5—1%. Die Eichkurve folgt nur annähernd dem Beerschen Gesetz. Der Blindwert ist berücksichtigt. — *Farbreagens.* Zu 500 ml Wasser gibt man nacheinander 40 ml Pufferlösung von p_H 2,6, 40 ml 1%ige Hydroxylammoniumchlorid-, 200 ml 0,1%ige Natriumalizarinsulfonat- und 20 ml 0,5%ige Thoriumnitrattetrahydrat-Lösung und füllt mit Wasser auf 1 l auf. Das Reagens ist etwa 1 Monat haltbar. — *Pufferlösung.* 400 ml 5 m Monochloressigsäure (472 g/l) werden mit 400 ml 2,5 m Natronlauge versetzt und mit Wasser auf 1 l aufgefüllt. — *Bezugslösung.* 10 ml einer Lösung mit 30 μg F/ml versetzt man mit 20 ml Farbreagens und bringt mit Wasser auf 50 ml. Diese Lösung ist einige Monate haltbar.

[1] Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. **315**, 222—227 (1959). Arb.-Gemeinschaft Silikoseforschung d. Med. Forsch.-Anstalt d. Max Planck-Gesellschaft, Göttingen.
E. Bankmann

Eine Apparatur zur pyrohydrolytischen Bestimmung von Fluoriden wird von J. G. Surak, D. J. Fisher, C. L. Burros und L. C. Bate[1] beschrieben. Über die Probe wird in einem Nickelschiffchen, welches in einem Nickelrohr steht, bei 1000° C Wasserdampf mit einer solchen Geschwindigkeit geleitet, daß in 30 min 30—50 ml Flüssigkeit kondensiert werden. Zur Beschleunigung der Hydrolyse wird der Probe U_3O_8 oder V_2O_5 zugemischt; weniger geeignet ist das gelegentlich empfohlene WO_3. Der Kühler besteht aus Kupfer. Das Destillat kann bei größeren Fluoridmengen (etwa 30 mg) direkt mit Alkalilauge gegen Phenolphthalein titriert werden. Die Fehler betragen etwa 1%. Geringere Mengen (100—500 μg) werden spektrophotometrisch mit Thoron gemessen. Die Fehler betragen dabei allerdings bis zu 9%. Durch dieses Verfahren werden auch stabile Fluorkomplexe (Th, Zr, Al, B, U) zersetzt. Wäßrige Lösungen solcher Komplexe werden in Natriumfluorid übergeführt und eingedampft oder mit einer Aufschlämmung von MgO gefällt. Nach dem Filtrieren des Magnesiumfluorids und Trocknen bei 110° C wird dann ein Teil der Pyrohydrolyse unterworfen. — Bei Gegenwart von Cl^-, Br^-, J^- und NO_3^- kann mit Thoriumnitrat gegen Alizarinrot S titriert oder die spektrophotometrische Bestimmung mit Thoron angewandt werden. Ist SO_4^{2-} oder PO_4^{3-} anwesend, so wird das Destillat konduktometrisch mit Lanthannitrat titriert. Metalle, die flüchtige Fluoride bilden, wie Mo und Nb, stören.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 117—119 (1960). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).
G. Denk

Die potentiometrische Simultanbestimmung von Chlorid und Oxalat mit Silberpermanganat als Maßlösung beschreiben V. Pavelka und R. Palouš[1]. Es wird mit 0,2 n Lösung titriert, der Äquivalenzpunkt für die AgCl-Fällung an einer Silber-

elektrode, der für die MnO_4-Reduktion an einer Platinindicatorelektrode bestimmt, die beide gegen eine Kalomelelektrode geschaltet sind. Erfolgt der Redox-Umschlagspunkt zuerst, so muß der MnO_4-Überschuß mit Oxalat-Überschuß reduziert werden, wenn anschließend ein zuverlässiger Äquivalenzpunkt für den Chloridgehalt erhalten werden soll. Die Probelösung ist mit 10 ml Schwefelsäure (1:3) angesäuert. Der Titer der Silberpermanganatlösung ist zeitabhängig. Der Fehler der Einzelbestimmung liegt bei 0,25%.

[1] Chem. Techn. **11**, 596—597 (1959). Karls-Univ., Prag (ČSR). K. Cruse

Eine Methode zur coulometrischen Bestimmung von Perjodat haben H. L. Kies und J. J. Buyk[1] angegeben. Danach werden gute Resultate erhalten, wenn 0,06—15 mg Kaliumperjodat in 50 ml 0,5 m Schwefelsäure titriert werden, in der Eisen(III)-sulfat (0,1 m) elektrolytisch reduziert wird, bis alles Perjodat zu Jodat umgesetzt ist. Der Äquivalenzpunkt wird nach der Dead-stop-Methode an 2 Platinelektroden (kreisförmig mit je 1 cm Durchmesser) bei Anlegen einer Spannung von 100 mV bestimmt. Einzelheiten der Anordnung wurden bereits früher beschrieben[2]. Zwecks Ausschaltung von Fe^{II} als Verunreinigung wird eine Probe vortitriert. Wurde Fe^{II} mit Mangan(IV)-oxyd oxydiert, so können Braunsteinreste auch durch Vorelektrolyse beseitigt werden. Schließlich kann auch grundsätzlich stets gerade über den Äquivalenzpunkt hinaus bis zu einem fixierten Indicatorstrom titriert werden. — Jodat bis zu 25fachem Überschuß beeinflußt das Ergebnis nicht, welches für die angegebenen Mengen Perjodat bei Generatorströmen von 0,5—20 Milliamp. höchstens 0,25% Abweichung zeigt.

[1] J. electroanal. Chem. **1**, 176—180 (1959). Techn. Hochschule Delft (Niederlande). — [2] Kies, H. L., u. G. J. van Weezel: diese Z. **161**, 348 (1958). K. Cruse

Zur Polarographie von Technetium als Pertechnetat haben R. J. Magee, I. A. P. Scott und C. L. Wilson[1] folgende erste Ergebnisse mitgeteilt und mit dem *polarographischen Verhalten von Perrhenat in Vergleich* gesetzt:

Grundlösung	Stufen für TeO_4	Stufen für ReO_4	Elektrodenreaktion
12 n H_2SO_4	eine Stufe zwischen −0,3 und −0,8 V	drei Stufen	—
8 n H_2SO_4	—	$E_{1/2} = -0{,}8$	—
2 n KCl	$E^{I}_{1/2} = -0{,}65$ u. $E^{II}_{1/2} = -1{,}30$ V	$E^{I}_{1/2} = -1{,}1$ u. $E^{II}_{1/2} = -1{,}7$ V	I $Te^{VII} \rightarrow Te^{IV}$ u. II $Te^{IV} \rightarrow Te^{I}$?
2 n NaOH	$E^{I}_{1/2} = -0{,}85$ u. $E^{II}_{1/2} = -1{,}0$ V	$E_{1/2} = -1{,}1$ V	I $Te^{VII} \rightarrow Te^{IV}$
4 n HCl	$E^{I}_{1/2} = -0{,}15$ u. $E^{II}_{1/2} = -0{,}35$ V $E^{III}_{1/2} = -0{,}7$ V (?)	$E^{I}_{1/2} = -0{,}1$ u. $E^{II}_{1/2} = -0{,}8$ V	—
2 n KOH mit Kaliumtartrat gepuffert	$E^{I}_{1/2} = -0{,}65$ u. $E^{II}_{1/2} = -1{,}2$ V (?)	—	—

Die Perrhenatstufe in 8 n Schwefelsäure soll sich besonders zur quantitativen Rheniumbestimmung eignen. Für eine Technetiumbestimmung soll eine quantitative polarographische Analyse in gepufferter 2 n Kalilauge an der gut ausgeprägten Stufe bei −0,65 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode) demnächst publiziert werden.

[1] Talanta (London) **2**, 376—379 (1959). Queen's Univ., Belfast (Nordirland).
K. Cruse

Potentiometrische Rheniumbestimmung in Anwesenheit von Molybdän. Nach D. I. Rjabčikov, V. A. Zarinskij und I. I. Nazarenko[1] kann Perrhenat neben kleinen Mengen Molybdän (Re: Mo ≅ 1:1) mit Chrom(II)-sulfatlösung unter Anwendung einer Platinindicatorelektrode quantitativ titriert werden, da ein Potentialsprung Mo^{5+}/Mo^{3+} nicht auftritt, während der Potentialverlauf ReO_4^{1-}/ReO_2 gut verfolgt werden kann. Der Potentialsprung von Rhenium ist am schärfsten in 4 n bis 12 n Schwefelsäure bei 60—70° C. Das Titrieren erfolgt in Stickstoffatmosphäre, die Potentialmessungen werden nach der Kompensationsmethode durchgeführt.

[1] Ž. anal. Chim. **14**, 737—738 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vernadski-Inst. Geochem. u. anal. Chem., Moskau. O. Gautsch

Für die Bestimmung von Hexacyanoferrat (II) neben Hexacyanoferrat (III), Cyanid und Rhodanid schlägt S. Arribas-Jimeno[1] folgendes *Verfahren* vor: Zu der neutralen zu untersuchenden Lösung, die nicht mehr als 0,300 g Kaliumhexacyanoferrat(II) enthalten darf, gibt man 50 ml 30%ige Ammoniumchloridlösung und 10 ml einer Pufferlösung (p_H 3,7, aus 140 g krist. Natriumacetat, 300 ml Eisessig und dest. Wasser zu 1000 ml). Man füllt mit dest. Wasser auf 100 ml auf und gibt genügend 0,1 n Ammoniummolybdatlösung zu, um eine vollständige Fällung erreichen [10 ml 0,1 n Ammoniummolybdatlösung für 0,3 g Kaliumhexacyanoferrat(II)]. Man schüttelt kräftig durch und läßt mehrere Stunden, am besten über Nacht ruhen. Man filtriert durch einen Glasfiltertiegel Nr. 3 unter Absaugen, wäscht 3 mal mit 15%iger Ammoniumchloridlösung und dann 4 mal mit 50%igem Alkohol aus. Man trocknet 2 Std bei 120° C im Trockenofen bis zur Gewichtskonstanz. An Modellmischungen werden gute Ergebnisse erhalten.

[1] Inform. Quím. analit. **13**, 167—174 (1959). Univ. Oviedo (Spanien).
Irmgard Pfitzer

Ein Verfahren zur gleichzeitigen spektrophotometrischen Kobalt- und Nickelbestimmung mit Oxamidoxim haben G. A. Pearse jr. und R. T. Pflaum[1] entwickelt. Die Bestimmung wird nicht gestört durch je 2 mg/ml Na^+, Ca^{2+}, Mg^{2+}, NH_4^+, Zn^{2+}, SO_4^{2-}, ClO_4^-, Cl^-, $C_2H_3O_2^-$; je 1 mg/ml F$^-$, NO_3^-; je 0,5 mg/ml Mn^{2+}, Ag^+, Al^{3+}; 0,3 mg/ml Cr^{3+}; 0,2 mg/ml Pb^{2+} und 0,1 mg/ml V^{5+}. Cu und Fe stören sehr und müssen mittels Ionenaustauscher entfernt werden. Analysen von Standardproben mit unterschiedlichen Kobalt- und Nickelgehalten zeigen gute bis befriedigende Übereinstimmung mit den Sollwerten. Der mittlere Fehler beträgt ± 2%. Der bei 110° C getrocknete formelreine Niederschlag $Ni(C_2H_5N_4O_2)_2$ kann auch zur gravimetrischen Bestimmung dienen. — *Ausführung.* Die nickel- und kobalthaltige Probe wird in geeigneter Weise mit wenig Säure gelöst und auf 1 ml eingeengt. Danach wird mit 15 ml 12 m Salzsäure aufgenommen und auf eine mit Dowex 1-X8 (50—100 mesh) beschickte Austauschersäule von 20 cm Länge und etwa 0,75 cm² Querschnitt aufgebracht. Die Eluierung wird mit 15—20 ml 4 m Salzsäure vorgenommen. Das Eluat wird auf p_H 6 eingestellt und auf 50 ml verdünnt. Für je 5 mg anwesendes Co und Ni fügt man 10 ml 0,1 m Reagenslösung (siehe unten) und festes Natriumacetat zu, um den p_H-Wert auf 8—9,5 zu bringen. Man saugt den Nickel-Oxamidoximniederschlag (der noch Hydroxyde von

Schwermetallen enthalten kann) über einen Glasfiltertiegel ab und wäscht 2 mal mit 5 ml 0,1 m Natriumacetatlösung. Das Filtrat mit dem Waschwasser wird mit 0,1 m Natriumacetatlösung auf ein entsprechendes Volumen gebracht und in 10 mm Schichtdicke bei 350 nm das Kobalt photometriert. Die Einmeßkurve wird unter den gleichen Bedingungen mit Kobalt-Testlösung aufgestellt und erfüllt von 1—50 μg Co/ml das Lambert-Beersche Gesetz. Der Nickelniederschlag wird in 10 ml 2 m Salzsäure gelöst, auf 100 ml mit Wasser aufgefüllt und in 10 mm Schichtdicke bei 233 nm photometriert. Die Einmeßkurve wird mit Nickel-Testlösung unter den gleichen Bedingungen aufgestellt und erfüllt von 1—30 μg Ni/ml das Lambert-Beersche Gesetz. — *Das Reagens* wird wie folgt hergestellt: In eine heiße Lösung von 0,5 Mol Dithiooxamid in Methanol wird langsam unter Rühren eine mit Na_2CO_3 neutralisierte Lösung von 1 Mol Hydroxylamin-hydrochlorid gegeben und 30 min auf dem Dampfbad am Rückfluß erwärmt. Die Lösung wird auf die Hälfte eingedampft und abgekühlt. Die ausgeschiedenen weißen Kristalle werden aus Wasser unter Verwendung von Knochenkohle umkristallisiert. Ausbeute: 75%, FP: 202—203° C. Die 0,1 m Reagenslösung ist etwa 6 Wochen beständig.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 213—215 (1960). Univ. Iowa City (USA). H. Pohl

Zur volumetrischen Bestimmung von Nickel und Kobalt mit ÄGTE (Äthylenglykol-bis-[β-aminoäthyläther]-N,N′-tetraessigsäure) und Murexid als Indicator geben F. Bermejo-Martínez und M. Paz-Castro[1] folgende *Arbeitsvorschrift:* In einen 250 ml-Erlenmeyer gibt man einen entsprechenden Teil der zu untersuchenden Lösung. Man verdünnt mit dest. Wasser auf 100 ml, fügt bei Kobalt einige Tropfen einer 2 m Essigsäure und eine Spatelspitze Indicator zu (Murexid-NaCl, 1:100). Die Lösung ist jetzt hellrosa. Nach Zugabe von 1 ml Pufferlösung von p_H 10 (aus 67,5 g Ammoniumchlorid in 570 ml konz. Ammoniak und auf 1000 ml verdünnt) wird die Lösung gelb. Man titriert mit 0,01 m ÄGTE-Lösung bis zum bleibenden zart purpurroten Farbton. Bei Nickel gibt man der auf 100 ml verdünnten Lösung unmittelbar 1 ml Pufferlösung p_H 10 und eine Spatelspitze Indicator zu. Man titriert langsam mit einer 0,1 m ÄGTE-Lösung bis zum Endpunkt, der durch den Farbumschlag von Gelb zu Violett gekennzeichnet ist. Bei hohen Konzentrationen ist der Farbumschlag Gelb/Rotviolett.

[1] An. Soc. españ. Física Quím. Ser., B **55**, 803—806; 807—808 (1959). Fac. Ciencias, Santiago de Compostela (Spanien). Irmgard Pfitzer

Die Reaktionen von 2-Carboxyisonitrosoacetanilid und seinem Methylester mit Metallionen untersuchten F. Buscarós und L. M. Munné[1]. Es wurde eine 1%ige alkoholische Lösung als Reagens verwandt. Die Metallsalzlösungen enthielten 1 g Metall/l. Man gab 0,5—1 ml Reagens zu 1—1,5 ml Metallsalzlösung, die mineralsauer, essigsauer, neutral, mit Na-Acetat gepuffert, ammoniakalisch oder NaOH-alkalisch war. Tabellen geben über 45 untersuchte Ionen Auskunft. Analytisch interessant sind folgende Reaktionen: Mit *Palladium(II)* entsteht bei p_H 2,0—3,0 ein gelber Niederschlag, löslich in viel Salzsäure und in Alkalihydroxyden. Empfindlichkeit 1:200000. — Mit *Nickel(II)* bildet sich bei Zugabe von NaOH oder NH_4OH eine rotorange Färbung, die bei p_H-Verminderung und Zugabe von KCN verschwindet. Empfindlichkeit 1:500000. Fe^{II}, Co und Cu stören. — Mit *Kobalt(II)* tritt in 2 n Ammoniak eine weinrote Färbung auf, die colorimetrisch ausgewertet werden kann[2]. Cu^{II} und Ni^{II} können durch ihre Cyanidkomplexe ausgeschaltet werden. Die Empfindlichkeit beträgt 1:1000000.

Nach einer weiteren Mitteilung von F. Buscarós und L. M. Munné[3] kann die Fällung mit 2-Carboxyisonitrosoacetanilid auch zur *gravimetrischen Bestimmung von Palladium* dienen. — *Ausführung.* 5 ml der Pd-Lösung werden mit dest. Wasser

auf 250 ml verdünnt. In der Kälte und unter Rühren gibt man langsam 15 ml (0,0055 g Reagens/mg Pd) der 1%igen alkoholischen Reagenslösung zu. Man erwärmt einige Minuten unter Rühren bei 70° C und läßt eine Nacht ruhen, filtriert dann unter Dekantieren in einen Glasfiltertiegel Nr. 3 und wäscht mit 120—150 ml Wasser, zu dem man 2—3 Tr. 2 n Salzsäure gibt. Man trocknet bei 110° C und wägt als $(C_9H_7O_4N_2)_2$ Pd. Der Umrechnungsfaktor auf Pd ist 0,2049. Die Genauigkeit ist sehr gut, wenn die Pd-Lösung nicht mehr als 0,04 g Pd enthält.

[1] An. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **55**, 789—794 (1959). Univ. und Lab. Quim. Analit. del Patronato „Juan de la Cierva", Barcelona (Spanien). — [2] Buscaróns, F., u. L. M. Munné: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 432 (1958); vgl. diese Z. **169**, 443 (1959). — [3] An. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **55**, 795—796 (1959). Irmgard Pfitzer

---

III. Analyse organischer Stoffe

1. Elementaranalyse

Eine neue Methode zur schnellen automatischen Verbrennung organischer Substanzen bei der Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff beschreiben M. Večeřa, F. Vojtěch und L. Synek[1]. Verff. entwickeln einen Ofen, der durch stufenweise Einschaltung der Verbrennungszonen die Verbrennung fester und flüssiger Verbindungen in 3—8 min gestattet. Wie in früheren Arbeiten[2] wird Kobalt(II, III)-oxyd auf Korund als Verbrennungskatalysator verwendet. Mangan-(IV)-Oxyd dient zum Auffangen der Stickoxyde, Natronasbest wird als Absorptionsmittel für CO_2, Magnesiumperchlorat für Wasser und Silber für Halogene und Oxyde des Schwefels verwendet. In einem Quarzverbrennungsrohr (11 × 450 mm) befinden sich 3,5 cm Silberwolle und 4,0 cm Kobaltoxyd auf Korund. Der Ofen ist so konstruiert, daß der Verbrennungskatalysator bei Serienanalysen ständig auf 700 bis 750° C und die Silberwolle auf 600° C geheizt werden. Nach Einführen eines Quarzschutzröhrchens, das in einem Platinschiffchen die Probe enthält (Flüssigkeiten werden in einer Capillare eingebracht), werden vier Verbrennungszonen in gleichen, wählbaren Abständen (1 min bis mehrere Stunden) nacheinander automatisch eingeschaltet, und zwar zuerst die vom Verbrennungskontakt am weitesten entfernte Zone, dann der Reihe nach vom Kontakt aus die anderen Zonen. Die Verbrennungszonen werden nach dem Spülen automatisch abgeschaltet, manueller Betrieb ist jedoch auch möglich. Nach den Beleganalysen betragen die maximalen Fehler etwa ± 0,3% für Kohlenstoff und Wasserstoff. Einzelheiten sind der mit 8 Abb. versehenen Originalarbeit zu entnehmen.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **25**, 93—100 (1960). Forsch.-Inst. für organische Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR). — [2] Večeřa, M.: Chem. Listy **47**, 1090 (1953); vgl. diese Z. **146**, 37 (1955). H. Garschagen

Zur Mikrobestimmung von Stickstoff verwenden M. Večeřa und L. Synek[1] ebenfalls das für die C,N-Bestimmung[2] bewährte *Kobalt(II, III)-oxyd als Verbrennungskatalysator*. Das Treibgas besteht aus reinstem CO_2, dem nach J. Unterzaucher[3] Sauerstoff zur besseren Verbrennung zugemischt wird. Dieser trägt auch zur längeren Haltbarkeit des Katalysators bei, mit dem 100—200 Analysen durchgeführt werden können. Aus dem Katalysator werden zunächst die Stickoxyde durch 4stündiges Glühen bei 700—750° C ausgetrieben. Bei Zumischen von Sauerstoff zum Gas wird keine Bindung von Stickoxyden beobachtet. Nach dem Verfahren können auch Substanzen verbrannt werden, bei denen bei Verwendung von Kupfer-(II)-oxyd als Katalysator Schwierigkeiten auftreten, z. B. *Polyvinylnitril*. — Das

etwa 50 cm lange Verbrennungsrohr aus Quarz enthält in seinem Gasaustrittsteil eine etwa 10 cm lange Schicht von metallischem Kupfer (durch Reduktion von CuO im Wasserstrom hergestellt) und anschließend eine 15 cm lange Katalysatorschicht ($Co^{II,III}$-Oxyd auf Korund als Träger). — *Kohlendioxyd* wird aus festem CO_2 (Dewargefäß) entwickelt. — Der zugemischte *Sauerstoff* wird elektrolytisch hergestellt. — *Durchführung.* Die in Abb. 1 gezeigte Verbrennungsapparatur wird

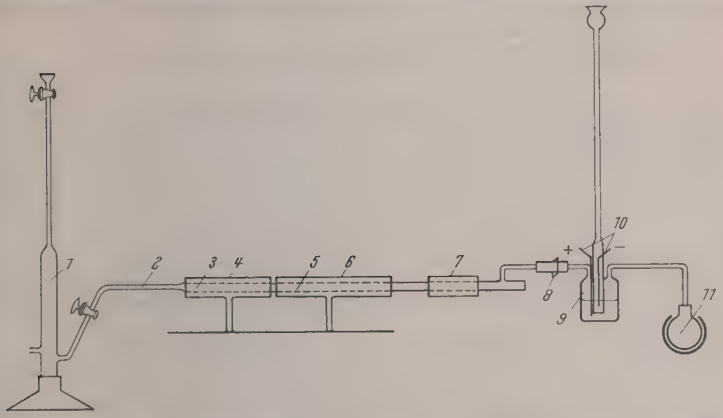

Abb. 1. Apparatur zur Mikrobestimmung von Stickstoff noch Večeřa u. Synek. *1* Azotometer, *2* Quarzrohr, *3* Kupfer, *4* elektr. Ofen (550° C), *5* Verbrennungskatalysator, *6* elektr. Ofen (750° C), *7* Verschiebbarer elektr. Ofen (800—850° C), *8* Gummischlauch mit Klemme, *9* Elektrolyseur *10* Platinelektroden, *11* Quelle für Kohlendioxyd

auf die dort angegebene Betriebstemperatur gebracht und das Verbrennungsrohr im CO_2-Strom geglüht. Man bringt dann 2 –5 mg der Probesubstanz in einem Pt-Schiffchen in das Rohr. Mit dem verschiebbaren Ofen (7) wird die Verbrennungsgeschwindigkeit auf 2 Gasbläschen je Sekunde eingestellt und nach 10 min auf 4 Bläschen je Sekunde erhöht. Nach 12 min ist die Verbrennung beendet und man liest nach 15 min in üblicher Weise das Stickstoffvolumen ab. — Bei 20 analysierten Substanzen mit 3—26% Stickstoff schwanken die Fehler zwischen + 0,28 und — 0,21%.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3402 –3406 (1959). Inst. org. Synthesen Pardubice-Rybitví (ČSR). — [2] Synek, L., u. M. Večeřa: Chem. Listy **51**, 1551 (1957); vgl. diese Z. **161**, 281 (1958); vgl. auch das vorstehende Referat. — [3] Angew. Chem. **61**, 452 (1949); Chemie-Ing.-Techn. **22**, 128 (1950); vgl. diese Z. **132**, 294 (1951). H. Freytag

Die anomale Reaktion von Phenolen bei der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke konnte von G. Kainz und H. Huber[1] an Hand von *Di-* und *Triphenolen* weitgehend geklärt werden. Demnach kann das anomale Gasvolumen (N_2 und N_2O) durch drei Reaktionsfolgen zustande kommen. Bei der ersten Reaktionsfolge tritt in p-Stellung zur phenolischen Hydroxylgruppe eine Nitrosogruppe ein, aus der durch Umlagerung ein tautomeres Chinonoxim entsteht. Dieses geht durch Reaktion mit überschüssiger salpetriger Säure unter Entwicklung eines Mols ($N_2 \cdot N_2O$) in das entsprechende p-Chinon über. Die zweite Reaktionsfolge tritt ein, wenn die o-Stellung zum phenolischen Hydroxyl nitrosiert wird. Die entstandene Nitrosoverbindung wird durch überschüssige salpetrige Säure in die

Diazoniumverbindung übergeführt, die dann 1 Mol Stickstoff abgibt. Mit der dritten Reaktionsfolge ist dann zu rechnen, wenn sich intermediär ein p-Chinon bildet. Dies ist der Fall bei der Reaktionsfolge 1 oder, wie bei Hydrochinon, durch unmittelbare Oxydation. p-Chinone werden von überschüssiger salpetriger Säure unter Entwicklung von Kohlendioxyd und ($N_2 + N_2O$) zu Oxalsäure abgebaut. Aus den gefundenen Werten wurde die Bruttogleichung für den Abbau der Chinone aufgestellt. Ferner konnten die Gasmengen, die bei jeder dieser Reaktionsfolgen zu erwarten sind, berechnet werden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 891—902. Univ. Wien (Österreich).

H. Garschagen

Im Beitrag zur Mikrobestimmung des Schwefelgehaltes organischer Verbindungen berichten L. Mázor, T. Meisel und L. Erdey[1] über ihre Erfahrungen und empfehlen Abänderungen bei den Methoden von F. Zinneke[2], W. Schöniger[3] und Zimmermann-Bürger[4]. Bei der Methode von Zinneke kann der infolge Löslichkeit des Silberoxyds auftretende Fehler dadurch vermieden werden, daß nach dem Auslaugen nicht der Silber-, sondern unmittelbar der Sulfatgehalt bestimmt wird. Zu diesem Zweck wird der Sulfatgehalt in 80%iger alkoholischer Lösung in Gegenwart von Thorin mit einer 0,005 n Bariumchloratlösung titriert[5]. Der Blindwert ist leicht zu bestimmen. Der Fehler infolge Bildung von Salpetersäure aus Stickstoff bei der Schöniger-Methode kann dadurch umgangen werden, daß der Sulfatgehalt der Lösung wie oben unmittelbar bestimmt wird. In diesem Fall ist zur Absorption der Schwefeloxyde eine verd. Wasserstoffperoxydlösung zu verwenden, weil ein Salzgehalt bei der Titration stört. Bei der dritten Methode kann die Reaktion der Probe mit geschmolzenem Kalium gefahrlos in einer Eprouvette geschehen, wenn auf die Probe 2—3 cm hoch Glaskügelchen geschichtet werden und das Kalium obenauf geschmolzen wird. Das geschmolzene Kalium sickert langsam zwischen den Kugeln zur Probe, die Reaktion ist weniger heftig und da die Produkte der Pyrolyse nur durch die Zwischenräume der mit Kalium bedeckten Kugeln entweichen können, ist ein Verlust ausgeschlossen. Der aus dem Sulfid gebildete Cadmiumsulfidniederschlag haftet oft hartnäckig an den Gefäßwandungen und ist von dort nur schwer abspülbar. Dies wird vermieden, wenn man die Gefäßwand mit Siliconlack hydrophobisiert. Zweckmäßiger wird der Sulfidgehalt der Lösung nach dem Verfahren der Verff.[6] unmittelbar gemessen, indem man die alkalische Lösung mit einer Hexacyanoferrat(III)-lösung in Gegenwart von Luminol (Aminophthalsäurehydrazid) als Indicator titriert. Sulfid wird dabei zu Schwefel oxydiert. Die Bestimmung ist auch in 0,01 n Maß genau, die Titration muß im Dunkeln ausgeführt werden.

[1] Magyar Kémikusok Lapja **14**, 494—496 (1959) [Ungarisch]. Techn. Univ. Budapest (Ungarn). — [2] Diese Z. **132**, 175 (1951). — [3] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 869; vgl. diese Z. **154**, 158 (1957). — [4] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **31**, 15 (1943). — [5] Erdey, L., L. Mázor u. T. Meisel: Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 140; vgl. diese Z. **164**, 447 (1958). — [6] Mázor, L., T. Meisel u. E. Erdey: Mikrochim. Acta (im Druck).

J. Plank

M. Ishidate und E. Kimura[1] geben ein Verfahren *zur Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen* an, bei dem die organische Substanz verbrannt und das als Schwefelsäure gewonnene Verbrennungsprodukt des Schwefels mit überschüssigem Bariumchlorid gefällt wird. Das nicht verbrauchte Ba^{2+} wird komplexometrisch mit 0,003 m ÄDTA-Lösung unter Zusatz von *Phthaleinkomplexon und Naphtholgrün als Indicator* titriert.

[1] Jap. Analyst 8, 733—738 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. Pharmac. Sci., Univ. Tokyo (Japan).

E. Bayer

Mikrobestimmung von Halogen in organischen Verbindungen. Nach M. Ishidate und E. Kimura[1] kann Halogen in organischen Verbindungen nach Überführen in Halogenidionen, Fällung als Silberchlorid, Lösen des AgCl-Niederschlages in $K_2[Ni(CN)_4]$ und komplexometrische Titration des hierbei freigewordenen Nickels bestimmt werden.

[1] Jap. Analyst 8, 739—743 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. Pharmac. Sci., Univ. Tokyo (Japan). E. Bayer

Die Halbmikromethode zur Bestimmung von Chlor in hochchlorierten organischen Verbindungen, die von M. Ballester und J. Riera[1] vorgeschlagen wird, ist im wesentlichen der Makromethode von P.N. Fedoseev und N.P. Ivašova[2] analog. — *Arbeitsweise.* In ein 10 ml-Bombenrohr, das gewogen ist und aus schwer schmelzbarem Glas besteht, wägt man 10—20 mg der fein pulverisierten Substanz ein. Dann gibt man 0,5 g Magnesiumpulver zu, läßt Kohlendioxyd einströmen und schließt das Rohr schnell an der Flamme. Nach der Abkühlung mischt man durch Schütteln und erhitzt 2 Std in einem elektrischen, automatisch regulierten Muffelofen bei 600° C. Das abgekühlte Rohr wird mit Alkohol und dest. Wasser abgewaschen, in einen 300 ml-Erlenmeyer-Kolben gebracht und geöffnet. Der Inhalt wird mit 40%iger Schwefelsäure behandelt bis die Gasentwicklung aufhört, filtriert und nachgewaschen. Dann wird das Filtrat mit 5 ml konz. Salpetersäure versetzt, 45 min auf dem Dampfbad erwärmt und mit einem Uhrglas abgedeckt. Die Chloridbestimmung wird mit Silbernitratlösung (15 ml 0,1 n) gravimetrisch durchgeführt.

[1] An. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, **55**, 785—788 (1959). Inst. Quím. „Alonso Barba"; Univ. Barcelona (Spanien). — [2] Ž. anal. Chim. **11**, 233 (1956); vgl. diese **Z. 155**, 289 (1957). Irmgard Pfitzer

2. Qualitative und quantitative Analyse

Massenspektrophotometrische Analyse organischer Verbindungen. C. Bokhoven[1] berichtet über *Anwendungsmöglichkeiten der Massenspektrophotometrie.* Ein modernes Massenspektrometer erlaubt noch Substanzen mit einem Dampfdruck von unter 0,1 mm Hg bei 350° C wie z. B. $C_{44}H_{90}$ (Mol.-Gewicht 619) zu untersuchen. Bei einfach fokussierenden Geräten ist ein Auflösungsvermögen von 1:600, bei doppeltfokussierenden 1:10000 realisierbar. Mit doppeltfokussierenden Massenspektrometern sind z. B. $C_2H_4^+$, CH_2N^+, N_2^+ und CO^+ voneinander unterscheidbar. Bei der qualitativen Analyse ist $m/e = 60$ typisch für *aliphatische Fettsäuren* und $m/e = 33$ für *Alkohole.* Für viele Verbindungstypen (*aliphatische Alkohole, Aldehyde, Ketone, Amide, Ester, Säuren* und *Alkylaromaten*) bestehen Beziehungen zwischen Struktur und Spektrum, die eine Identifikation ermöglichen. Halogene sind durch ihre Isotopenverhältnisse erkennbar. Spurenweise Verunreinigungen können leicht ermittelt werden, besonders wenn die Verunreinigung ein höheres Molekulargewicht hat. Unter Umständen müssen die Verunreinigungen vorher durch Gaschromatographie oder Zonenschmelzen angereichert werden. Bei der organischen qualitativen Analyse ist die Massenspektrometrie mit hohem Auflösungsvermögen von besonderem Vorteil. So konnte eine Verbindung mit der Bruttoformel C_4H_7NO auf Grund der Spektren bei Masse 30 (Triplett), 41 (Triplett), 42 (Quadruplett) und 56 (Triplett) als α-Pyrrolidon identifiziert werden. — Die Molekulargewichtsbestimmung auf massenspektrometrischem Wege hat den großen Vorzug, daß die zu untersuchenden Substanzen nicht unbedingt in reiner Form vorliegen müssen. Vorbedingung ist jedoch, daß das Muttermolekülion einen erkennbaren Peak hat.

[1] Chem. Weekbl. **56**, 129—131 (1960) [Holländisch]. Staatsmijnen Limburg, Centraal Lab., Geleen (Niederlande). J. Rasch

Durch Herabsetzen der Elektronenstoßspannung von 70 V auf die Höhe der Ionisationsspannungen (8—14 V) lassen sich bei der qualitativen und quantitativen Analyse gewisse Vorteile erzielen. Ch. J. Varsel, F. A. Morrell, F. E. Resnik und W. A. Powell[1] fanden, daß der Empfindlichkeitsfaktor auch bei der *Niedervolt-Massenspektrometrie* im Bereich von $0{,}25—20 \cdot 10^{-3}$ Torr proportional dem Druck ist. Geprüft wurde dies an *Isopren, 1-Buten, n-Butan, Benzol, Toluol, Methylchlorid, Methylbromid, Aceton, 2-Butanon, Methanol, Furan, 2-Methylfuran Acetonitril* und *Kohlendioxyd*. Wegen seiner großen Molekülion-Intensität wurde *Toluol als Bezugsstandard* gewählt. Die täglichen Abweichungen sind zum Teil beträchtlich. Die größte Abweichung trat bei Methanol auf und betrug $8{,}6\%$. Da aber bei 70 V bis 7% Abweichung beobachtet wurden, kann man diesen Wert noch als befriedigend gelten lassen. Bei der quantitativen Analyse einer 15-Komponenten-Mischung ergab sich eine durchschnittliche prozentuale Abweichung gegenüber der 70 V-Analyse von $4{,}5\%$. Bei der qualitativen Analyse bietet die Kombination der 70 V-Analyse mit der Beobachtung der Appearance- und Ionisationspotentiale, die recht gut mit spektroskopischen und auf andere Weise ermittelten Daten übereinstimmen, häufig den gewünschten Aufschluß über die Natur er vorliegenden Verbindung.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 182—186 (1960). Philip Morris Inc. und Univ. Richmond, Va. (USA). J. Rasch

Auf Grund der charakteristischen Rearrangement-Ionen in den Massenspektren polarer ungesätt. Verbindungen kann F. W. McLafferty[1] das *Zustandekommen der Hauptpeaks* in den Spektren der *Vinyläther, Vinylester* und *Olefine* erklären. Vor allem wird die intramolekulare *Umordnung von Wasserstoffatomen* in Abhängigkeit vom Substituenten (*Carbonyl-, Nitrilgruppe, Phosphat* usw.) durch einen Austausch der Elektronenpaare über einen Sechserring zur Interpretation der Spektren herangezogen[2]. In zahlreichen Figuren und Tabellen wird das Verhalten der Vinylderivate bei Elektronenstoß erläutert und unter Hinweis auf die Originalarbeiten zusammenfassend diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2072—2075 (1959). The Dow Chemical Co., Framingham, Mass. (USA). — [2] McLafferty, F. W.: Analyt. Chemistry **31**, 82 (1959); vgl. diese Z. **172**, 52 (1960). F. Aulinger

F. W. McLafferty und R. S. Gohlke[1] zeigen an Hand von tabellarisch aufgeführten *Massenspektren von 50 aromatischen Säuren und Estern* die Möglichkeit zur Identifizierung, Strukturaufklärung und damit zur Analyse dieser Verbindungen. Wie bereits bei den *aliphatischen Säuren*[2] und *Estern*[3] festgestellt worden ist, kann die Bildung der Hauptmassen durch Abspaltung der Carbonylgruppe oder durch Aufbrechen der Sauerstoff-Alkylbindung mit gleichzeitiger Umordnung eines oder zweier Wasserstoffatome erfolgen. Bei den untersuchten aromatischen Säuren treten neben den starken Parentpeaks (P) mit großer Intensität die Massen P minus 17 (— OH) und P minus 45 (— COOH) auf, außerdem die Rearrangement-Ionen P minus 18 (H_2O) und P minus 46 (HCOOH). Nach einem ähnlichen Mechanismus entstehen die Hauptpeaks bei den Estern. In allen Methylestern liegt der Basepeak bei der Masse P minus 31 (— CH_3O) und ein starker Peak bei P minus 59 (— $COOCH_3$). Obwohl die Molekülionen nicht sehr intensiv auftreten, sind sie doch bezeichnend für die Substanz. Bei den höheren Estern verschwindet dasMolekülion mit steigendem Molekulargewicht und dem Grad der Verzweigung. Für alle Ester der Benzoesäure ist für den Basepeak (P minus OR) typisch die Aufspaltung der Carbonyl-Sauerstoffbindung, während der Bruch der Carbonyl-Phenyl-Bindung für die Masse 77 (— C_6H_5) charakteristisch ist. Als Rearrangement-Ion ist die

Masse 149 gegenüber der Masse 123 unbedeutend, jedoch tritt bei den höheren Phthalsäureestern der Peak 149 (das Oxonium-Ion)[4] als Rearrangement-Ion besonders stark auf. Für die verschiedenen Verbindungen sind 8 wahrscheinliche Abbaumechanismen aufgeführt und an Hand eines Beispiels wird gezeigt, wie eine unbekannte aromatische Säure oder ein Ester (Hochvakuumpumpenöl) auf Grund seiner Hauptmassen aus dem Massenspektrum identifiziert werden kann.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2076—2082 (1959). The Dow Chemical Co., Midland, Mich. (USA). — [2] Happ, G. P., u. D. W. Stewart: J. Amer. chem. Soc. **74**, 4407 (1952). — [3] Sharkey jr., A. G., J. L. Shultz u. R. A. Friedel: Analyt. Chemistry **31**, 87 (1959); vgl. diese Z. **171**, 220 (1959/60). — [4] McLafferty, F. W.: Analyt. Chemistry **31**, 82 (1959); vgl. diese Z. **172**, 52 (1960). F. Aulinger

Aliphatische alkoholische Hydroxylgruppen können nach R. O. Crisler und A. M. Burrill[1] quantitativ im nahen IR-Spektrum bestimmt werden. Verff. benutzen die Valenz-Oberschwingung der OH-Gruppe bei 1,41 μ. Zur Aufstellung der Eichgeraden wägt man so viel eines beliebigen geradkettigen aliphatischen Alkohols ein, daß die Standardproben in 50 ml Tetrachlorkohlenstoff oder Tetrachloräthylen 25, 50, 75, 100, 125 und 150 mg Hydroxyl (OH) enthalten (d = 10 cm). Die auf dieser Einwaage beruhenden Extinktionen verschiedener Alkohole liegen bis etwa 2 mg OH/ml auf einer Geraden. Bei höheren Konzentrationen machen sich die Wasserstoff-Brückenbindungen bemerkbar. Die Auswertung geschieht in bekannter Weise nach dem Grundlinienverfahren. *Wasserhaltige Proben* werden vorher mit Natriumsulfat getrocknet. *Verzweigte primäre*, ebenso *sekundäre*, *tertiäre* und *aromatische Alkohole* (*Phenole*) zeigen eine kleine Verschiebung der OH-Valenz-Oberschwingung nach längeren Wellen. Es ist zweckmäßig, für diese Alkohole eigene Eichgeraden aufzustellen. Bei *geradkettigen Alkoholen* beträgt die relative Standardabweichung (Varianz) 0,27%; sie ist geringer als bei der chemischen Bestimmungsmethode mit Essigsäureanhydrid-Pyridin (0,77%). Die Arbeit enthält in tabellarischer Übersicht die Wellenlängen und molaren Extinktionskoeffizienten der Valenz-Oberschwingung der OH-Gruppe von 40 primären, sekundären, tertiären und aromatischen Alkoholen.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2055—2057 (1959). Miami Valley Labs., The Procter & Gamble Co., Cincinnati Ohio (USA). H. Specker

Identifizierung der Bruchstückionen von Dialkylboranen im Massenspektrum. Um die Peaks der Massenspektren von *1,1- und 1,2-Dimethyldiboran* und deren *Äthyldiboranen* zu deuten, nehmen Ch. O. Wilson jr. und I. Shapiro[1] folgende mit den selteneren Isotopen gekennzeichnete Verbindungen zu Hilfe: 1,1- und 1,2-$(CH_3)_2{}^{10}B_2H_4$, $(CH_3)_2B_2D_4$, $(CD_3)_2B_2H_4$, $(CD_3)_2B_2D_4$ und die dazu analogen Äthyldiborane. Ein Vergleich dieser Spektren läßt erkennen, daß die Hauptpeaks keine reinen Bruchstückionen darstellen, sondern überwiegend durch intramolekulare Umordnung bei Elektronenstoß entstehen. Während Atomumordnungen innerhalb von Molekülen im Massenspektrometer überaus mannigfaltig sind[2], kommen Umlagerungen von Atomgruppen relativ selten vor[3]. Bei den hier untersuchten Verbindungen sind es Umlagerungen von Methyl- bzw. Äthylgruppen, die zu den intensiven Peaks (41 und 69) beitragen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 78—81 (1960). Olin Mathieson Chem. Corp., Pasadena, Calif. (USA). — [2] McLafferty, F. W.: Anal. Chemistry **31**, 82 (1959); vgl. diese Z. **172**, 52 (1960). — [3] Florin, R. E., L. A. Wall, F. L. Mohler u. E. Quinn: J. Amer. chem. Soc. **76**, 3344 (1954). F. Aulinger

Die Hydroxylzahlen von Polyäthern und Polyestern lassen sich nach C. L. Hilton[1] an Hand der im nahen Infrarot (2.6—3.2 μ) gelegenen OH-Absorptionsbanden rasch und mit guter Genauigkeit bestimmen. Die die OH-Bande überlagernde Absorption des übrigen Molekülgerüstes ist gering und wird bei der Aufstellung der Eichfunktion, die für jede Stoffklasse gesondert vorgenommen werden muß, berücksichtigt. Das gleiche gilt für die durch freie Carboxylgruppen verursachte stärkere Absorption; der Carboxylgehalt wird titrimetrisch bestimmt. Die Probensubstanzen werden in Chloroform gelöst und die Lösungen soweit mit Tetrachlorkohlenstoff verdünnt, daß sie 10% Chloroform enthalten. Die Spektren werden wegen der starken Temperaturabhängigkeit der Absorption in temperierten Küvetten gemessen. Verf. demonstriert das Verfahren an *Polyestern aus Äthylenglykol, Propylenglykol und Adipinsäure* sowie an *Polyäthern aus Glycerin und Propylenoxyd*. Die Abweichungen der Meßwerte von den chemisch ermittelten Werten sind gering.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1610—1612 (1959). U.S. Rubber Co., Wayne, N. J. (USA).
H. Hartkamp

Identifizierung von Sulfiden. J. Petránek, M. Večeřa und M. Jurečeк[1] identifizieren *Dialkyl-* und *Arylalkylthioäther* durch deren *Reaktion mit dem Natriumsalz des p-Nitrobenzolsulfochloramids (Chloramin N) zu den entsprechenden S,S-Dialkyl-* bzw. *S,S-Alkylaryl-Derivaten der p-Nitrobenzoylsulfonyl-sulfilimine*, welche charakteristische Schmelzpunkte aufweisen und auch durch Säulenchromatographie getrennt werden können. Die Derivate von 36 Sulfiden werden beschrieben. — Das Reagens Chloramin N wird nach J. Petránek und M. Večeřa[2] dargestellt. — Zur Darstellung der Sulfilimine werden 400 mg Chloramin N in 5 ml Methanol gelöst, eine Lösung von 1.5 mMol Sulfid in 5 ml Methanol wird zugegeben und 15 min stehen gelassen. Bei der Darstellung von Derivaten der Alkylarylsulfide muß etwa 12 Std stehen gelassen oder aber mit 1 ml 1%iger Ameisensäure in Methanol angesäuert werden. Die Reaktionslösung entfärbt sich im Verlauf der Reaktion. Danach wird das Lösungsmittel abdestilliert, der Rückstand mit 5 ml 2 n Natronlauge und darauf mit 20 ml Wasser gewaschen und aus Benzol-Cyclohexan oder Chloroform-Cyclohexan umkristallisiert. — *Chromatographie.* 17 g Silicagel werden mit 7.3 ml Formamid imprägniert und mit Benzol-Cyclohexan (1:1) in eine Chromatographiersäule (12 cm ⌀) gefüllt. Nun werden je 100 mg des zu trennenden Sulfiliminigemisches (z. B. Dipropyl- und Dibutylsulfilimin) in dem kleinstmöglichen Volumen Formamid gelöst, die Lösung wird in Silicagel aufgesaugt und dieses Gemisch in die Säule eingefüllt. Eluiert wird zunächst mit 100 ml Benzol-Cyclohexan (1:1) und dann mit Benzol-Cyclohexan (3:2). Es werden Fraktionen von je 10 ml aufgefangen, deren Gehalt an Sulfilimin papierchromatographisch nach Večeřa[2] kontrolliert wird. Die Fraktionen 5—23 enthielten Dibutylsulfilimin und 25—48 Dipropylsulfilimin. Nach Abdampfen des Lösungsmittels und Umkristallisieren werden die reinen Derivate erhalten.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3637—3642 (1959). Forsch.-Inst. org. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR). — [2] Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 718 (1959).
E. Bayer

Aliphatische Amine. *Acrylnitril reagiert mit primären und sekundären Aminen* zu Cyanoäthylaminen, welche schwächer basisch sind als die entsprechenden Äthylamine. Da die tertiären Amine nicht reagieren, kann man nach G. W. Stevenson und S. H. Biers[1] aus der Differenz in den p_H-Werten zwischen primären und sekundären Aminen einerseits und tertiären Aminen andererseits unterscheiden: Das p_H von 10 ml einer 10^{-2} bis 10^{-4} m wäßrigen Lösung eines Amins wird mit einem p_H-Meter (Beckman Modell G) gemessen. Man bringt die Lösung dann in ein mit Glasstopfen versehenes Reagensglas, fügt 100 μl Acrylnitril zu, schüttelt bis zur

Lösung und erwärmt dann 5 min im kochenden Wasserbad. Danach wird mit Leitungswasser gekühlt und das p_H gemessen. Wenn der p_H-Wert um mehr als 0,60 abgenommen hat, ist ein primäres oder sekundäres Amin vorhanden. — Diese Nachweismethode ist an 9 *primären*, 12 *sekundären* und 5 *tertiären Aminen* mit Erfolg ausprobiert worden. An Stelle des p_H-Meters kann prinzipiell auch p_H-Papier benutzt werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2095—2097 (1959). Univ. Los Angeles Calif. (USA)
E. Bayer

Mit dem Nachweis primärer Amine mittels der Furfurol-Reaktion beschäftigt sich I. Mazurek[1] und erörtert vor allem den Reaktionsmechanismus sowie die Ursachen der Farbbildung. Zunächst reagiert 1 Mol Amin mit 1 Mol Furfurol unter Wasseraustritt zur entsprechenden Schiffschen Base. Diese addiert ein weiteres Mol Amin in α'-Stellung. In saurer Lösung erfolgt dann die Aufspaltung des Furanringes unter Bildung eines roten Hydroxypentamethinfarbstoffes. Die Farbigkeit dieser Verbindung wird durch ein Dipol-Konjugationssystem erklärt.

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **100**, 149—155 (1960). Mannheim. G. Kainz

Langkettige quaternäre Ammoniumverbindungen können nach L. D. Metcalfe[1] an einer Cellulosesäule adsorbiert und nach dem Eluieren mit alkoholischer Salzsäure colorimetrisch mit Bromthymolblau bestimmt werden. — *Arbeitsvorschrift.* Die Probelösung mit 0,1—0,5 mg der Ammoniumverbindungen bringt man auf die Säule (siehe unten), wäscht erst mit 25 ml Äthanol und dann mit 25 ml Wasser eluiert anschließend mit 5 ml 1 n alkoholischer Salzsäure und spült mit 30 ml Wasser nach. Die vereinigten Eluate extrahiert man 1 min mit 50 ml Chloroform, dem 1 ml 0,1%ige alkoholische Bromphenolblaulösung zugesetzt wird, schüttelt die abgetrennte Chloroformschicht 15 sec mit 10 ml 1%iger Sodalösung, trocknet die durch eine Komplexverbindung aus Bromphenolblau und quaternärer Ammoniumbase blau gefärbte Chloroformschicht 30 min mit 0,5 g Na_2SO_4 und mißt dann die Extinktion bei 603 nm gegen Chloroform. Mit Lösungen bekannten Gehalts wird eine Eichkurve aufgenommen. — Zur *Bereitung der Cellulosesäule* füllt man ein Glasrohr (2,5 × 40 cm) bis zu einer Höhe von 8 cm mit partiell carboxymethylierter Cellulose, die nach E. A. Peterson und H. A. Sober[2] dargestellt oder auch käuflich erworben werden kann, gibt 5 ml 1 n Salzsäure darüber und wäscht mit Wasser neutral. Nach Gebrauch wäscht man die Säule ebenfalls mit Wasser neutral und läßt anschließend 10 ml Äthanol hindurchfließen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 70—72 (1960). Armour and Co., Chicago, Ill. (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **78**, 753 (1956). G. Denk

Die Bestimmung von Nitromethan neben Nitrit in den gasförmigen Produkten der Nitrierung von Methan kann nach J. Giber und T. Meisel[1] in folgender Weise ausgeführt werden: Das aus dem Reaktor austretende Gasgemisch wird mit Aceton und Trockeneis gekühlt. Im Kondensat befinden sich Nitromethan, Stickstoffdioxyd, salpetrige Säure und Wasser. Die aufgetaute Lösung wird in einen 100 ml-Meßkolben übergespült, zwecks Vermeidung der Zersetzung von Nitrit mit Natronlauge auf etwa p_H 10 alkalisiert und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Nitromethan wird in Nitrit übergeführt und als solches bestimmt. Das in der Lösung vorhandene Nitrit wird vorher zum großten Teil mit Harnstoff zersetzt. Ein Harnstoffüberschuß muß vermieden werden. Die Überführung von Nitromethan in Nitrit wird in stark alkalischer Lösung mit Wasserstoffperoxyd ausgeführt. Zur Nitritbestimmung ist die photometrische Methode mit dem Reagens nach Gries-Ilosvay zu empfindlich, es wird daher das weniger empfindliche

Kupplungsprodukt von diazotierter Sulfanilsäure und Hydroxynaphthoesäure verwendet. Der so gebildete Farbstoff ist bei p_H 10—14 p_H-unabhängig; nach 10 min bleibt die Farbstärke konstant, das Absorptionsmaximum liegt bei 490 nm. Die in der Lösung nach der Behandlung mit Harnstoff verbliebene Nitritmenge wird gesondert bestimmt und in Anrechnung gebracht. Die Empfindlichkeit der Methode beträgt 0,1 μg Nitromethan.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **65**, 260—263 (1959) [Ungarisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Techn. Univ. Budapest (Ungarn). J. Plank

Die Identifizierung einer Anzahl organischer Substanzen führt W. C. McCrone[1] mit einer *mikroskopischen Schmelzmethode unter Zusatz von Thymol* durch. 1—5 mg der Probe werden unter dem Polarisationsmikroskop geschmolzen und so verteilt, daß nur ein Teil der Fläche unter dem Deckglas damit bedeckt ist. Durch Abkühlen wird die Schmelze wieder zur Kristallisation gebracht. Dann wird etwas Thymol auf den Objektträger aufgetragen und ebenfalls geschmolzen. Die Schmelze wird unter den freien Raum des Deckglases fließen gelassen bis sie mit den Kristallen der Probe in Berührung kommt. Durch Erwärmen wird ein Teil der Probe wieder geschmolzen; sie vermischt sich mit der Thymolschmelze und kristallisiert beim Abkühlen in Form gut ausgebildeter, charakteristischer Kristalle wieder aus. Auf diese Weise wurden *explosive Substanzen* identifiziert, wie *aromatische Di- und Trinitroverbindungen, aliphatische Nitrate* und andere.

[1] Microchem. J. **3**, 479—490 (1959). Cornell Univ., Ithaca, N. Y. (USA). G. Denk

Zur Verbesserung der Bestimmung organischer Nitroverbindungen mittels Coulometrie bei kontrolliertem Potential hat J. M. Kruse[1] sich besonders einer Verbesserung der Grundstromkorrektur zugewendet, die bisher die Grenze der Anwendung zur Bestimmung geringer Mengen darstellte. Erniedrigt wird der Grundstrom nicht allein durch Begasen der Lösungen mit Stickstoff *vor* der Elektrolyse, sondern auch durch kräftiges Rühren, vor allem aber durch eine Vorelektrolyse (15 min), d. h. durch Elektrolyse der Grundlösung *vor* Zugabe der Probe. Auch durch die Wahl des Lösungsmittels lassen sich Verbesserungen erzielen. — *Arbeitsvorschrift.* Als Grundlösung wird 0,5 n Lithiumchloridlösung in 80%igem Methanol verwendet, die mit 1 n Salzsäure auf p_H 2,0 eingestellt ist. Elektrolysiert wird im Stickstoffstrom an der Quecksilberbodenelektrode als Kathode (1 cm²), die mit gerührt wird. Bezugselektrode ist eine Silber-Silberchlorid-Elektrode in nächster Nähe der Kathode. Zunächst wird bei — 0,90 V gegen die Silberchloridelektrode (zur Bestimmung *aliphatischer Nitroverbindungen* bei — 0,95 V) so lange elektrolysiert, bis der Stromfluß auf 3 mA (bzw. 4 mA für *aliphatische Nitroverbindungen*) als Anfangsgrundstrom abgesunken ist, dann erst wird die Probe zugesetzt und abermals elektrolysiert (nicht mehr als 80 mA), bis der Stromfluß sich in 15 min um nicht mehr als 0,1 mA ändert (End-grenzstrom). Der Stromfluß wird mittels p_H-Coulometer integriert. *Nitrocyclohexan in Cyclohexan und in Cyclohexanon, α-Nitro-p-xylol in p-Xylol, 1-Nitropropan, Nitrobenzol (auch in Benzol), 2-Nitro-m-xylol in m-Xylol, Nitroterephthalsäure in Terepthalsäure, Nitroisophthalsäure in Isophthalsäure, Nitrodurol in p-Xylol* und *Nitrobenzoesäure* in *Benzoesäure* lassen sich nach dieser Methode mit einem mittleren Fehler von nur 1% bestimmen, wenn günstige Konzentrationen gewählt werden. 20 ppm Nitroverbindungen werden noch erfaßt.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1854—1857 (1959). E. I. du Pont de Nemours a. Co., Gibbstown, N. J. (USA). K. Cruse

Papierchromatographische Trennung von arsenorganischen Verbindungen. L. C. Mitchell[1] trennt die organischen Arsenverbindungen *Arsanilsäure, Arsenosobenzol, Arsenophenamin, 3-Nitro-4-hydroxyphenylarsinsäure, 4-Nitrophenylarsinsäure* und

p-Ureido-benzolarsinsäure auf Whatman-Papier Nr. 1 durch zweidimensionale Chromatographie mit Wasser-Salpetersäure-Acetonitril (20:2:78) in der einen und Wasser-Ammoniak-Acetonitril (30:5:65) in der anderen Richtung. Die Verbindungen werden durch Betrachten im UV-Licht und Sichtbarmachung auf Blaudruckpapier (Dietzgen medium extra Katalog Nr. X 213) und durch Besprühen kenntlich gemacht. Man besprüht zuerst mit einer ammoniakalischen Silbernitratlösung (170 mg $AgNO_3$ in 1 ml Wasser und 5 ml Ammoniak mit 95%igem Äthanol auf 200 ml aufgefüllt) und nach dem Betrachten bei verschiedenen Wellenlängen mit einer Pyrogallollösung (13 mg in 200 ml 95%igem Äthanol).

[1] Assoc. off. agric. Chemists **42**, 684—692 (1959). Food a. Drug Admin., Washington, D. C. (USA). E. Bayer

Aldehyde und Ketone. R. Ellis und A. M. Gaddis[1] weisen darauf hin, daß die von ihnen früher beschriebene[2] *Methode zur papierchromatographischen Trennung von gesätt. und ungesätt. Aldehyden als 2,4-Dinitrophenylhydrazone sowie von Ketonen* auch quantitativ ausgestaltet werden kann. Getrennt werden die 2,4-Dinitrophenylhydrazone, die spektralphotometrisch nach Elution bestimmt werden. Die Dinitrophenylhydrazone sollen möglichst wenig Luft und Licht ausgesetzt sein. Chromatographie, Elution und Messung müssen deshalb schnell ausgeführt werden. Der mittlere Fehler der DNP-Bestimmung beträgt ± 3,4%. Allerdings machen die Autoren keine Angabe über die Quantität oder Reproduzierbarkeit der Überführung der Aldehyde in die Hydrazone.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1997—2000 (1959). Meat Lab., U. S. Dep. Agricult., Beltsville, Md. (USA). — [2] Ellis, R., A. M. Gaddis u. Mitarb.: Analyt. Chemistry **30**, 475 (1958); **31**, 870 (1959); Science **126**, 745 (1957); vgl. diese Z. **167**, 128 (1959); **173**, 267 (1960). E. Bayer

Die polarographische Bestimmung von aliphatischen Aldehyden und Ketonen nach der für die Acetonbestimmung von R. E. van Atta und D. R. Jamieson[1] angegebenen Methode (Umsetzung zum Imin und Polarographie des Imins) hat M. E. Hall[2] als allgemein gangbare Methode ausgearbeitet. — *Vorschrift.* Für die Aldehydbestimmung wird die Probe (bis zu 2 mg Aldehyd) mit 2%iger Lösung von Hexamethylendiamin (durch Destillation oder Kristallisation gereinigt) auf 25 ml aufgefüllt und kräftig durchmischt. Ein aliquoter Teil wird nach Durchperlen von Stickstoff von — 1,1 bis — 1,8 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode polarographiert (m = 1,66 mg/sec, t = 3,0 sec bei - 1,8 V und geschlossenem Stromkreis in 20%iger Hexamethylendiaminlösung, 64 cm Hg-Säule). Ein Leitsalzzusatz ist nicht erforderlich, da der Hexamethylendiaminüberschuß ausreicht. Bei Analyse von Ketonen ist eine 20%ige Hexamethylendiaminlösung notwendig. Die Stufe für *Aldimin* ist von der der schwerer reduzierbaren *Ketimine* deutlich getrennt ($\Delta E^1/_2 \sim 0{,}2$ V), so daß Aldehyd und Keton auch nebeneinander bestimmt werden können, wenn mit Eichpolarogrammen ausgewertet wird. Lösungen mit bis zu 20% Carbonylverbindung lassen sich nach dieser Methode auf 1,5% genau analysieren, wie durch Vergleich mit Infrarot-Analysen festgestellt wird. Der Einfluß der Hexamethylendiaminkonzentration und des p_H-Wertes auf das Polarogramm sind ausführlich untersucht. Die zu polarographierende Lösung soll einen p_H-Wert von mindestens 12 haben.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1217 (1959); vgl. diese Z. **175**, 73 (1960). — [2] Analyt. Chemistry **31**, 2007—2009 (1959). Chemstrand Corp., Decatur, Ala. (USA). K. Cruse

Für den qualitativen Nachweis von Carboxylsäuren auf mikroskopischem Wege stellen R. E. Dunbar und C. C. Moore[1] in Fortführung früherer Arbeiten[2] die *kristallisierten p-Toluidide und Amide* dieser Verbindungen dar. Die Amide werden

nach P. W. Robertson[3] erhalten durch 30 min langes Kochen von 1 g der Säure mit überschüssigem Thionylchlorid am Rückflußkühler. Nach dem Abdestillieren des überschüssigen Thionylchlorids wird die Lösung des Säurechlorids in 15 ml kaltes konz. Ammoniak gegossen. Das ausgefallene Amid wird 2mal aus Wasser oder Alkohol-Wasser-Mischungen umkristallisiert. In einzelnen Fällen wird das Säurechlorid in Benzol oder Äther gelöst, mit trockenem gasförmigem Ammoniak behandelt, auf dem Dampfbad erwärmt und nach dem Abkühlen filtriert. — In analoger Weise konnte auch eine Anzahl von Toluididen dargestellt werden; das Säurechlorid wird dabei in eine Lösung von p-Toluidin in Äther eingegossen. Bei *zweibasischen Säuren* wurde nach der von A. I. Vogel[4] beschriebenen Arbeitsweise verfahren. 6 g der Säure werden mit 6 g p-Toluidin 2 Std bei 180—200° C am Rückflußkühler gekocht. Nach dem Abkühlen wird die Mischung in 50 ml Äther gelöst, erst mit 30 ml 10%iger Salzsäure gewaschen, wobei sich das überschüssige Toluidin herauslöst und dann mit 30 ml 10%iger Natronlauge behandelt, um die nicht umgesetzte Säure zu entfernen. Nach dem Abdampfen des Äthers wird der Rückstand mehrmals aus verdünntem Alkohol umkristallisiert. — Das Original bringt die Mikrophotographien der p-Toluidide von *Benzoesäure, Brombenzoesäure, n-Buttersäure, n-Caprinsäure, Caprylsäure, Chloressigsäure, p-Chlorbenzoesäure, Zimtsäure, 3,5-Dinitrobenzoesäure, Oenanthsäure, Isovaleriansäure, Laurinsäure, Maleinsäure, Äpfelsäure, Malonsäure, Margarinsäure, Myristinsäure, p-Nitrobenzoesäure, Oxalsäure, Palmitinsäure, Pelargonsäure, Stearinsäure, Bernsteinsäure, Weinsäure, o- und p-Methylbenzoesäure, Tridecylsäure* und *n-Valeriansäure* und die Amide von *o-Acetylsalicylsäure, Adipinsäure, Benzoesäure, p-Brombenzoesäure, n-Capronsäure, p-Chlorbenzoesäure, Zimtsäure, o-Nitrobenzoesäure, Phenylessigsäure* und *Stearinsäure*.

[1] Microchemic. J. **3**, 491—505 (1959). State College Fargo, North Dakota (USA). — [2] Dunbar, R. E., u. W. M. King: Microchemic. J. **3**, 143 (1959); vgl. diese Z. **174**, 58 (1960). — [3] J. chem. Soc. **116**, 1210 (1919). — [4] Practical Organic Chemistry, Longmans Green, N. Y., 1948. G. Denk

Über die säulenchromatographische Trennung von höheren Fettsäuren in Form ihrer Chlorphenacylester berichten A. C. Kibrick und S. J. Skupp[1]. Die Überführung in die Ester erfolgt nach den Angaben von W. L. Judefind und E. E. Reid[2], indem 10 mMol Fettsäure (untersucht wurden *Caprin-, Laurin, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Öl-, Linol-* und *Linolensäure*) in 50 ml 95%igem Äthanol gelöst und mit 11 mMol 4-Brom-2-chloracetophenon in 100 ml Äthanol (Darstellung des Reagenses durch Friedel-Crafts-Reaktion aus Acetylchlorid und Chlorbenzol nach der Methode von W. Kimura[3] und anschließende Bromierung) versetzt werden. Nach Zugabe von 75 ml Wasser stellt man mit Natriumäthylat oder Natronlauge auf p_H 6,8 ein, kocht 1 Std am Rückfluß und läßt erkalten. Hierbei kristallisieren die Ester aus, welche abfiltriert und aus Alkohol umkristallisiert werden. — Die chromatographische Trennung der Ester (je 0,5—1 mg) erfolgt an einer mit Polyäthylen und Celite gefüllten Säule mit wäßrigem Alkohol steigender Konzentration (40—70%) als Eluierungsmittel. Hierzu wird von den Verff. eine Apparatur beschrieben, welche das Wechseln des Eluierungsmittels ohne Druckänderung gestattet. Die Trennung der Ester im Eluat wird durch Absorptionsmessungen im UV bei 257 nm verfolgt. Einzelheiten bezüglich der Durchführung müssen der Originalarbeit entnommen werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2057—2060 (1959). New York Veterans Admin. Hosp., New York, N.Y. (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **42**, 1043 (1920). — [3] Ber. dtsch. chem. Ges. **67 B**, 394 (1934). H. Garschagen

Zur Bestimmung von nichtkonjugierten trans-Doppelbindungen in C_{18}-Säuren und Estern natürlicher Herkunft eignet sich nach B. Cleverley[1] die IR-Spektroskopie. Um den für trans-Verbindungen charakteristischen Peak bei 965 cm^{-1} auch bei Überlappung durch andere Banden auswerten zu können, wird von Verf. eine graphische Methode beschrieben, womit eine teilweise Aufschlüsselung ermöglicht wird.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 128—130 (1960). Dominion Lab., Wellington (Neuseeland). H. Garschagen

Konjugierte cis-trans- und trans-trans-Methyloctadecadienoate können nach J. R. Chipault und J. M. Hawkins[1] nebeneinander IR-spektroskopisch bestimmt werden. Für cis-trans-Verbindungen allein oder in Gegenwart von trans-trans-Komponenten genügt die Messung bei 10,55 μ. Die Banden überlagern sich nicht. Trans-trans-Octadienoate haben eine Absorptionsbande bei 10,11 μ. Diese Bande wird von einer cis-trans-Bande etwas überlagert. Es ist daher notwendig, in Gegenwart von cis-trans-Verbindungen eine Korrektur anzubringen. In diesem Falle errechnet sich der Gehalt an trans-trans nach der Gleichung $Y = [(A_{10,11}/b) - 0{,}187X]/1{,}330$ (b = Schichtdicke in cm, X = Gehalt an cis-trans-Verbindung, $A_{10,11}$ = gemessene Extinktion bei 10,11 μ). Als Lösungsmittel dient Schwefelkohlenstoff (d = 0,01 cm, ~ 40 g l). Die Arbeit enthält die IR-Spektren von Methyllinoleat, konjugierten reinen cis-trans-, trans-trans-Octadienoaten und Gemischen von 9,5 bis 11,0 μ; ferner wird die präparative Herstellung der untersuchten Verbindungen sehr ausführlich behandelt.

[1] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **36**, 535—539 (1959). Univ. Austin, Minn. (USA). H. Specker

Zur Mikro- und Halbmikrobestimmung von Isocyanat- und Isothiocyanatgruppen modifizieren B. S. Karten und T. S. Ma[1] die von S. Siggia und J. G. Hanna[2] beschriebene Methode, welche auf der Additionsreaktion von Aminen beruht. — *Arbeitsweise.* Zu 10 ml n-Butylaminlösung (s. u.), die sich in einem 125 ml-Jodzahlkolben befinden, gibt man unter Zuhilfenahme eines verschließbaren Mikro-Wägegläschens (Abbildung im Original) 0,1 (Mikrobestimmung) bzw. 1 mÄquiv. (Halbmikrobestimmung) der Probe. Im verschlossenen Kolben wird 1 min magnetisch gerührt. In der Regel öffnet sich hierbei das Wägegläschen, andernfalls nimmt man ein Glashäkchen zur Hilfe, welches anschließend im Reaktionskölbchen verbleibt. Nach 15 (*Aromaten*) bzw. 45 minütigem (*Aliphaten*) Stehen wird mit 20 ml Wasser versetzt und aus einer Mikrobürette mit 0,05 bzw. 0,5 n Salzsäure gegen Methylrot titriert. Ein Blindwert aus 10 ml n-Butylamin wird in analoger Weise behandelt. Beleganalysen mit 15 verschiedenen Substanzen ergaben eine Genauigkeit von etwa 0,5%. — *n-Butylaminlösung. Für die Mikrobestimmung* werden 2 g n-Butylamin (KP 76—78° C) zu 1000 ml in Dioxan (KP 105 bis 111° C, über KOH getrocknet) gelöst und in dunkler Flasche aufbewahrt. — *Für die Halbmikrobestimmung* werden 10 g n-Butylamin in 500 ml Dioxan gelöst.

[1] Microchemic. J. **3**, 507—514 (1959). Brooklyn College, Brooklyn, N. Y. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **20**, 1084 (1948). H. Garschagen

Über die jodometrische Bestimmung von Äthylenglykol, Glycerin bzw. Mannit berichten L. Maros und E. Schulek[1]. Die Substanz wird mit Perjodsäure oxydiert, wobei Formaldehyd entsteht. Der Überschuß der Perjodsäure, das Jodat, unter Umständen auch Ozon und gelöster Luftsauerstoff werden mit schwefliger Säure entfernt, die gleichzeitig gebildeten Aldehyde in das Bisulfit verwandelt. Nach Oxydation der überschüssigen schwefligen Säure durch Jod und Spaltung

des Aldehydbisulfits in Oxysäurenitril und dem Aldehyd äquivalente schweflige Säure mit Hilfe von Kaliumcyanid, wird die freigesetzte schweflige Säure jodometrisch gemessen. — *Ausführung.* 10 ml einer Lösung, die in 500 ml 0,75—0,85 g Äthylenglykol, 1,2—1,4 g Glycerin bzw. 2,3—2,5 g Mannit enthält, werden in einem 100 ml-Jodzahlkolben mit 2, 3 bzw. 5 ml 0,3 m Perjodsäurelösung (45 g $Na_3H_2JO_6$ in 500 ml 5%iger Schwefelsäure) vermischt. Nach 10 min wird 1,5 m Natriumsulfitlösung so lange zugetropft, bis die braune Lösung entfärbt wird und noch 0,5 ml zugegeben. In Gegenwart von Methylrot wird die Lösung mit 10%iger Essigsäure neutralisiert, 1 ml Überschuß zugegeben und mit 5 ml Pentan zum Schutz gegen Luftsauerstoff überschichtet. Nach etwa 10 min wird der Sulfitüberschuß mit 5%iger bzw. 0,1 n Jodlösung in Gegenwart von Stärke oxydiert, 3 ml 20%ige Natronlauge und 0,2—0,3 g Kaliumcyanid werden zugegeben. Nach 3 bis 4 min wird neutralisiert, mit 1 ml 20%iger Salzsäure angesäuert und die freie schweflige Säure mit 0,1 n Jodlösung bis zur bleibenden Blaufärbung titriert. 1 ml 0,1 n Jodlösung entspricht 1,552 mg Äthylenglykol, 2,302 mg Glycerin bzw. 4,554 mg Mannit. Die Ergebnisse sind sehr befriedigend.

[1] Acta chim. Acad. Sci. hung. **20**, 359—364 (1959). Univ. Budapest (Ungarn). J. Plank

Chromatographie von Gemischen aus α-Hydroxypropionaldehyd, Hydroxyaceton und Methylglyoxal an Hydrogensulfit-Ionenaustauschern. E. Huff[1] trennt Carbonylverbindungen an Ionenaustauscher Dowex 1 in Bisulfitform durch Elution mit ansteigenden Mengen Alkalihydrogensulfit. Es wird eine Trennung von *α-Hydroxypropionaldehyd(I), Milchsäure(II), Methylglyoxal(III)* und *Hydroxyaceton(IV)* beschrieben: Dowex 1-X10 in der Chloridform (100—200 mesh) wird mit gesätt. Natriumhydrogensulfitlösung gewaschen, bis kein Cl^- mehr nachweisbar ist und 60 cm hoch in eine Chromatographiersäule (1 × 85 cm) gefüllt. Auf diese Säule werden nun 10 ml einer je 10—45 μMol der Substanzen I—IV enthaltenden Lösung gebracht und bei einem Durchfluß von 0,2 ml/min an den Ionenaustauscher absorbiert. Eluiert wird aufeinanderfolgend mit 0,1, 0,2, 0,4, 0,8 und 1,6 m Hydrogensulfitlösung, wobei von jeder Lösung das Zweifache von dem Ionenaustauscher in der Säule eingenommene Volumen Verwendung findet. Fraktionen von je 3 ml werden gesammelt und vor der Analyse verschlossen bei 5—10° C aufbewahrt, um eine Oxydation zu Hydrogensulfat zu vermeiden. In saurem Medium wird nun das in den Fraktionen vorhandene, überschüssige Hydrogensulfit mit Jod zu Sulfat oxydiert und dann die Hydrogensulfitverbindung durch Zugabe von Hydrogencarbonat gespalten und das freigelegte SO_3H^- jodometrisch titriert.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1626—1629 (1959). Nat. Inst. of Health, Bethesda, Md. (USA). E. Bayer

Lävulinsäure. A. Maurel und J. M. Gastaud[1] geben in einer vorläufigen Mitteilung eine *Übersicht über die möglichen Methoden zur Bestimmung von Lävulinsäure*: 1. Umsetzung der Lävulinsäure mit o-Nitrobenzaldehyd und spektralphotometrische Bestimmung des entstehenden Indigos bei 570 nm. 2. Papierchromatographische Abtrennung der Lävulinsäure auf Chromatographiepapier Arches 302, absteigend, mit n-Butanol-Äthanol-Wasser (27:3:10). Besprüht wird mit Benzidin. Andererseits kann Lävulinsäure auch mit Hydroxylamin zum Oxim umgesetzt und unter den angegebenen Bedingungen chromatographiert werden. 3. Titrimetrische Bestimmung der Lävulinsäure mittels p_H-Meter. 4. Volumetrische oder potentiometrische Titration der Ketogruppe mit Hydroxylaminhydrochlorid. Detaillierte Beschreibungen dieser Methoden werden in Aussicht gestellt.

[1] Chim. analytique **41**, 469—470 (1959). Lab. Municipal Chim., Nizza und Serv. Scient. Lab. Théramex, Monaco. E. Bayer

Die polarographische Bestimmung von N,N'Äthylendiglycin (ÄDG) und Nitrilotriessigsäure (NTE) als Verunreinigungen der Äthylendinitrilo-tetraessigsäure (ÄDTE) gelingt nach Versuchen von R. B. LeBlanc[1], wenn zunächst die Cd-Chelate beider Verunreinigungen hergestellt und polarographiert werden und anschließend nach Umwandlung des ÄDG in ein cyclisches und kein Cd-Chelat bildendes Imid allein NTE als Cd-Chelat polarographiert wird. — *Vorschrift.* Die Lösung von 0,5 mMol ÄDTE in 60 ml Wasser wird mit 0,1 m Salpetersäure und 0,1 m Kalilauge auf den p_H-Wert 10 eingestellt und unter Aufrechterhalten dieses p_H-Wertes so lange mit 0,1 m Cadmiumnitratlösung versetzt, bis eine Cadmiumhydroxyd-Trübung entsteht. Man fügt 10 ml 1 m Kaliumnitratlösung und 10 ml 0,1%ige Gelatinelösung hinzu und füllt auf 100 ml auf. Im Polarogramm dieser Lösung von — 0,5 bis — 1,3 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode wird die Höhe der Doppelstufe für ÄGD und NTE in üblicher Weise bestimmt. Eine zweite Probe ÄDTE wird in 20 ml Wasser gelöst und mit 1 m Salzsäure auf den p_H-Wert 1,5—2,0 eingestellt. Die Lösung wird 20 min lang zum Sieden erhitzt, abgekühlt und auf 50 ml aufgefüllt. Nun wird mit 0,1 m Kalilauge auf p_H 10 eingestellt und weiter wie bei der ersten Probe das Chelat hergestellt und schließlich polarographiert. Die gemessene Höhe entspricht dem NTE-Gehalt. Aus der Differenz beider Höhen wird in Anlehnung an Eichaufnahmen der ÄGD-Gehalt ermittelt. Die Fehler der Analysen liegen bei ± 10% des Gehalts an Verunreinigung, die Nachweisbarkeitsgrenze bei 10^{-5} Mol/l. NTE ist auch bei ÄDG-Überschuß gut bestimmbar, ÄDG nur bei nicht zu hohem NTE-Gehalt. Beim Verhältnis NTE:ÄDG = 10:1 liegt der Fehler bereits bei 25%.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1840—1841 (1959). The Dow Chemical Co., Freeport, Tex. (USA). K. Cruse

Zucker. C. C. Spencer und C. J. McGinn[1] schlagen eine *Methode zur indirekten Bestimmung der optischen Drehung einiger Monosaccharide vor.* — *Prinzip.* Durch die Einwirkung von Perjodsäure (H_5JO_6) auf eine Monose im Verhältnis 40:1 Mol wird eine äquivalente Menge des Zuckers zu dem um ein C-atom ärmeren Monosaccharid abgebaut. Da dieser Vorgang quantitativ verläuft, ist es möglich, die spezifische Drehung des entstandenen Abbauproduktes zu berechnen, ohne daß dieses aus der Reaktionslösung isoliert werden muß. So findet man:

Ausgangsmaterial	Abbauprodukt	Spezifische Drehung (Literatur)	Berechnet
D-Glucose	D-Arabinose	— 104,5	— 107
D-Arabinose	D-Erythrose	— 14,5	— 13,4
D-Xylose	D-Threose	24,6	26,0
D-Mannose	D-Arabinose	— 104,5	— 106
D-Galaktose	D-Lyxose	— 13,5	— 14,5

Arbeitsweise. Man löst 7,20 g wasserfreie Glucose in 30 ml dest. Wasser und 0,272 g Perjodsäure in 10 ml dest. Wasser, mischt beide Lösungen in einem 50 ml-Meßkolben, füllt mit Wasser bis zur Marke auf und läßt 1—2 Std stehen, bis die optische Drehung des Reaktionsgemisches konstant ist. Man erhält in diesem Falle unter Verwendung eines 20 cm-Rohres die Drehung 13,98° (berechnet 14,00°).

[1] Analyt. Chemistry **32**, 136 (1960). Univ. und Le Moyne College, Syracuse, N. Y. (USA). K. Söllner

P. Albers und R. Freiskorn[1] bestimmen *papierchromatographisch getrennte Zucker durch Besprühen mit Anilinphthalat* und photometrische Messung der Flecken mit dem Extinktionsschreiber II (Carl Zeiss, Oberkochen): Je 25, 50 bzw.

100 μg Zucker in 0,01—0,02 ml Wasser sowie die auf ihren Zuckergehalt zu untersuchende Lösung werden in 4 cm Abstand auf einem 16 cm breiten Streifen Chromatographiepapier Whatman Nr. 4 aufgetragen und aufsteigend chromatographiert mit Butanol-Pyridin-Wasser (3:1:1) (zur Trennung von *Mannose* und *Galaktose*), Phenol-Wasser (8:2) (zur Trennung von *Arabinose* und *Mannose*) oder Phenol-Wasser (85:15) (zur Abtrennung der *Arabinose* von *Mannose* und *Galaktose*). — Die Chromatographierstreifen werden vorher 30 min in die Chromatographiekästen zum Equilibrieren gehängt, dann in das Lösungsmittel eingetaucht, 14 Std laufen gelassen und 20 min bei 85° C getrocknet. Danach werden die Streifen gleichmäßig mit einer Lösung von 1,86 g Anilin und 3,38 g Phthalsäure in 100 ml Butanol-Aceton-Wasser (5:4:1, v/v) besprüht und 40 min auf 85° C erhitzt. Die *Hexosen* ergeben braune, die *Pentosen* rotbraune Flecken. Die Chromatogramme werden nun in 4 cm breite Streifen zerschnitten und im Extinktionsschreiber II (Filter FE 54; Carl Zeiss) ausgewertet. Die bei den Vergleichslösungen bekannten Gehaltes ermittelten Flächen in Quadratzentimeter werden gegen die Quadratwurzel der Substanzkonzentration aufgetragen, und aus diesen Eichkurven wird der Zuckergehalt der zu bestimmenden Probe abgelesen. — Bei Bestimmungen mehrerer Zucker nebeneinander sind maximale Abweichungen bis zu $\pm$ 5% aufgetreten. — Die Methode wurde zur *Bestimmung des Glucosegehaltes von Polysacchariden* benutzt.

[1] Liebigs Ann. Chem. **622**, 150—159 (1959). Chemotherapeut. Forsch.-Inst. „Georg-Speyer-Haus" Frankfurt a. M. F. Bayer

Zur Bestimmung der reduzierenden Wirkung von organischen Verbindungen verwendet K. Schriever[1] das *Phosphormolybdänblau-Verfahren*. Die Phosphormolybdänsäure wird mit dem Reduktionsmittel versetzt und nach einer festgelegten Zeit wird die gebildete Menge Molybdänblau colorimetrisch gemessen. Das Verfahren wird für die Untersuchung von *Hydroxy-* und *Aminoderivaten des Benzols und Naphthalins* verwendet, wobei der Einfluß funktioneller Gruppen auf das Reduktionsvermögen zu Tage tritt. Die Methode ist sehr variationsfähig: P kann durch As, Si oder Ge, Mo durch W oder V ersetzt werden, es können der p_H-Wert, die Temperatur, die Reaktionszeit und die Menge an Heteropolysäure geändert werden und schließlich kann mit reiner Polymolybdänsäure, ohne Phosphatzusatz, gearbeitet werden. — *Ausführung.* Man bringt die Reagenslösung, bestehend aus 1 ml KH_2PO_4-Lösung (0,4393 g/l), 3 ml Molybdänschwefelsäure (4 g $Na_2MoO_4 \cdot 2\ H_2O$ in 100 ml 5 n Schwefelsäure) und 10 ml Wasser 10 min lang in einen Thermostaten von 37° C, gibt 1 ml der Untersuchungslösung hinzu und mißt nach genau 2 min (Stoppuhr) die Farbintensität. — Zur Vorbereitung der Untersuchungslösung löst man 0,01 Mol des Reduktionsmittels in 40 ml einer Lösung, die 3 g $Na_2S_2O_5$ und 2 g $Na_2SO_3 \cdot 7\ H_2O$ enthält.

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **100**, 35 (1960). Univ. München. G. Denk

Die massenspektrometrischen Empfindlichkeiten von Aromaten beim Beschuß mit Niederspannungselektronen haben G. F. Crable, G. L. Kearns und M. S. Norris[1] untersucht. Die Empfindlichkeiten vergrößern sich mit steigender Anzahl von kondensierten aromatischen Ringen in Molekül. Kondensierte gesätt. Ringe an einem Aromaten haben denselben Einfluß auf die Empfindlichkeit wie zwei *Alkylsubstitutionen*, wobei eine Substitution im gesätt. Ring selbst nur wenig Einfluß auf die Empfindlichkeit hat. Die Verlängerung einer Alkylsubstitution um einige C-Atome hat nur geringen Einfluß, während mehrfache Substitution die Empfindlichkeit entsprechend steigen läßt. Auch die Stellung ist wesentlich, der Effekt wächst in der Reihenfolge ortho-, meta-, para-Stellung. Die Wirkung einer

einfachen Substitution kann einer Tabelle entnommen werden, die im Original enthalten ist. Bis zu einem gewissen Grade ist es dabei möglich, für einige Verbindungen Voraussagen hinsichtlich ihrer Empfindlichkeiten zu machen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 13—17 (1960). Gulf. Res. & Development Co., Pittsburgh, Pa. (USA). J. Rasch

Ein spezifischer Nachweis für Anthracenverbindungen wird von Th. R. Hauser[1] beschrieben. Diese werden mit Chromtrioxyd in Eisessig zum entsprechenden 9,10-Anthrachinon oxydiert. Beim Erhitzen mit Kaliumborhydrid in Dimethylformamid ändert sich die Farbe der Lösung von Farblos auf Rotviolett. Die Farbänderung ist reversibel. Die Nachweisgrenze liegt bei 15 μg. Fluorenon und polycyclische p-Chinone geben von vornherein einen positiven Test. — *Arbeitsweise.* Die Probe wird mit 1 ml einer gesätt. Lösung von CrO_3 in Eisessig versetzt und 1 min gekocht. Nachdem man 2 ml Wasser und 2 ml Chloroform hinzugefügt hat, kocht man erneut. Dann entfernt man die Chloroformschicht, schüttelt die wäßrige Lösung mit 1 ml Chloroform aus und dampft die vereinigten Chloroformauszüge ein. Der Rückstand wird in wenig Dimethylformamid aufgenommen und in Anwesenheit von 1 mg Kaliumborhydrid zum Kochen erhitzt. Hierbei tritt Rotfärbung auf.

[1] Chemist-Analyst **48**, 86—87 (1959). R. A. Taft Sanitary Engng. Center, Cincinnati, Ohio (USA). G. Kainz

m-Dinitroverbindungen reagieren mit Diäthylamin unter Ausbildung gelb-oranger bis purpurroter Verbindungen, die sich nach J. H. Heotis und J. W. Cavett[1] zur Bestimmung von m-Dinitroverbindungen eignen: Zu einer Lösung von 0,1 mg Nitroverbindung in 8 ml Dimethylsulfoxyd werden 2 ml Diäthylaminreagens gefügt, und die Lichtabsorption wird spektralphotometrisch bestimmt. Keine Farbe im sichtbaren Spektralbereich ergeben: 3,5-Dinitrobenzoesäure, 2,6-Dinitro-4-chloranilin, 2,6-Dinitrohydrochinon-4-monoacetat, 3,5-Dinitrosalicylsäure sowie deren Methylester und Amid, 2,4-Dinitro-o-kresol, 5,7-Dinitro-8-hydroxychinolin, 2,4-Dinitrobenzol, 2,4-Dinitroanilin, 2,4-Dinitrodiäthylanilin, 2,4-Dinitrobenzolsulfonsäure, N,N-bis-(2-hydroxyäthyl)-2,4-dinitroanilin, 2,2′-4,4′-Tetranitrocarbanilid und 6,8-Dinitro-2,4-(1 H, 3 H)-Chinazolindion. — Bei den 3,5-Dinitroverbindungen liegt bei λ_{max} 540—575 nm und bei 2,4-Dinitroverbindungen bei 640—695 nm. — Der Mechanismus der Reaktion wird diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1977—1978 (1959). Dr. Salsbury's Labs., Charles City, Iowa (USA). E. Bayer

Tüpfelteste zum Nachweis von Phenoldämpfen und aromatischen Sauerstoffverbindungen wurden von F. Feigl und E. Jungreis[1] entwickelt. Die Phenoldämpfe werden mit *2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin* umgesetzt, wobei durch Bildung von Indophenol eine Blaufärbung auftritt. Es können noch 0,3 μg Phenol, 0,5 μg Thymol bzw. 0,5 μg Naphthol nachgewiesen werden. Auf diese Weise lassen sich auch *phenolische Gruppen in aromatischen Verbindungen* identifizieren, wenn man vorher durch Pyrolyse Phenol abspaltet. Aromatische Nitroverbindungen geben diese Reaktion nicht, da sie bei der Pyrolyse Stickoxyde entwickeln, die stören. Sie müssen zunächst durch Zink-Essigsäure zu Aminen reduziert werden. Der obige Test eignet sich auch zum Nachweis von *phenolischen Kondensationsprodukten*, wie *Bakelit*, *Terylen* und *Dacron* sowie zum Nachweis von *Farbstoffen mit Phenolgruppen*. Die Nachweisgrenze liegt bei 50—100 μg. — *Arbeitsweise. Nachweis von Phenoldämpfen.* Man gibt die Probe in ein Teströhrchen und bringt dieses in ein auf 160° C erhitztes Glycerinbad. Auf die Öffnung des Teströhrchens wird ein

Filterpapier gelegt, das mit einer gesätt. Lösung von 2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin in Benzol imprägniert ist. Nach einigen Minuten hält man das Testpapier über Ammoniak. Bei Anwesenheit von Phenolen tritt Blaufärbung auf. — *Nachweis von Phenolgruppen in aromatischen Verbindungen.* 0,5—1 mg Probe werden in ein Teströhrchen gegeben. Nachdem man auf die Öffnung des Röhrchens ein Testpapier gelegt hat, erhitzt man ganz langsam. Nach einigen Minuten läßt man auf das Testpapier Ammoniak einwirken. Aromatische Amine geben bereits ohne Ammoniak eine Blaufärbung; diese verschwindet aber mit Ammoniak.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2099—2101 (1959). Minist. Agric., Rio de Janeiro (Brasilien). G. Kainz

Zum Nachweis von Phenolestern und Phenoläthern benützen F. Feigl und E. Jungreis[1] den obigen Tüpfeltest für Phenole. Die Phenolester werden zunächst pyrolytisch gespaltet, indem man sie mit Oxalsäuredihydrat auf 150° C erhitzt. Das gebildete Phenol wird mit 2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin nachgewiesen. Zur Spaltung von Phenoläthern wird nascierende Jodwasserstoffsäure benützt; diese entsteht beim Erhitzen eines Gemisches von Oxalsäuredihydrat und Kaliumjodid (1:1) auf 150° C. Eine Spaltung von Triphenylphosphat ist durch Pyroammonolyse möglich, indem man die Probe mit Guanidincarbonat vermischt und auf 250° C erhitzt. Es können noch 10—20 μg Ester, 5 μg Triphenylphosphat und 0,5—25 μg Phenolalkyläther nachgewiesen werden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 2101—2102 (1959). Minist. Agric., Rio de Janeiro (Brasilien). G. Kainz

Der Nachweis von Flavanonen und Flavanonolen gelingt nach R. Neu[1] durch eine spezifische Reaktion und zwar werden *hydroxylierte Phenyl-benzo-2,3-dihydro-γ-pyrone* und *Phenyl-benzo-2,3-dihydro-3-hydroxy-γ-pyrone mit Rhodamin B* nachgewiesen. Die zu prüfenden Substanzen bzw. die 22 *Pflanzenauszüge,* die als Urtinkturen des HAB verwendet wurden, wurden in verschiedenen Lösungsmitteln auf Schl. & Sch.-Papier 2034b chromatographiert und anschließend mit einer 0,1%igen Lösung von Rhodamin B in 4%iger Salzsäure besprüht. Eine Tabelle enthält die R_f-Werte der geprüften Verbindungen und die der Pflanzenauszüge. Die angegebenen R_f-Werte beziehen sich nur auf die mit Rhodamin B angezeigten blau- bzw. rotvioletten Flecken. Wie durch Prüfung verschieden hergestellter Auszüge festgestellt wurde, ist das verwendete Extraktionsmittel von deutlichem Einfluß auf die Löslichkeit der Inhaltsstoffe. Für den *Nachweis im Reagensglas* wird eine Lösung von 15 μg Rhodamin B in 100 ml Eisessig bereitet. Das Flavonderivat wird in Dimethylformamid gelöst und 1 ml der Rhodamin B-Lösung zugesetzt. Als Vergleich wird die Reagenslösung verwendet. Das unterschiedliche Verhalten der Derivate ist nur im UV-Licht festzustellen. Mit den *Dihydroflavonolen* und *Dihydroflavonen Dihydroquercetin, Aromadendrin, Hesperitin* und *Naringenin* bleibt die Fluorescenz bestehen. Mit den *Flavonolen* und *Flavonen Rhamnetin, Quercetin, Kämpferol, Scoparin, Acacetin, Apigenin, Scuttellarein* und *Pectolinarigenin* verschwindet die Fluorescenz. Die starke eigene Fluorescenz der in 5-Stellung keine Hydroxylgruppe aufweisenden Verbindungen *Fisetin, Methylfisetin* und *Robinetin* wird nicht beeinflußt.

[1] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **292**, 431—437 (1959). Forsch.-Lab., Fa. Dr. Willmar Schwabe GmbH., Karlsruhe-Durlach. Johanna Sepp

Namen- und Sachverzeichnis des 176. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Adamanis, F., siehe Pawełczyk, E.

Adey, K. A., Bestimmung technisch reiner Präparate von Picolin und 2,6-Lutidin 307

Affens, W. A., E. O. Haenni und R. A. Fulton, Kontrolle des Dichlordifluormethangehaltes 396

Ageev, N. V., A. I. Ponomarev und V. A. Trapeznikov, Bestimmung von Sauerstoff in Reinstchrom 58

Agrawal, K. C., siehe Verma, M. R.

Agster, A., Messung des pH-Wertes von Fasermaterial 159

Albers, P., und R. Freiskorn, Papierchromatographische Bestimmung von Zuckern 461

Albert-Recht, F., Bestimmung von Plasmaproteinen 219

D'Alessio-de-Carnevale-Bonino, R. C., Hydrolyse des Reserpins 313

Alfonso, N., und E. Lopez, Bestimmung des Geruchswertes von mexikanischen Knoblaucharten 387

Altshuller, A. P., C. M. Schwab und M. Bare, Reaktionsfähigkeit verschiedener oxydierend wirkender Stoffe gegenüber verdünnter Kaliumjodidlösung 128. — Siehe auch Cohen, I. R.

van Aman, R. E., F. D. Hollibaugh und J. H. Kanzelmeyer, Spektralphotometrische Bestimmung von Antimon in Zink oder Zinkoxyd mit Rhodamin B 202

Anderson, R. A., siehe Hamilton, P. B.

Appleman, D., siehe Hirata, A. A.

Arbore, E., siehe Bruno, S.

Arčakova, T. A., siehe Gorjušina, V. G.

Arcus, A. C., Nachweis von Lipiden in Eluaten der Säulenchromatographie 229

Arend, I., siehe Chomse, H.

Arendt, I., und E. Asmus, Beitrag zur Frage der qualitativen und quantitativen Bestimmung einiger Pyridinderivate mit Hilfe der IR-Absorptionsspektroskopie 321 [Or]

Arendt, I., und H.-J. Schenck, Papierchromatographie von Polyestern 154

Armaşescu, L., siehe Popa, I.

Armitage, F., Auf Isopren bezogene Retentionszeiten von Kohlenwasserstoffen 135

Arribas-Jimeno, S., Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) neben Hexacyanoferrat(III), Cyanid und Rhodanid 446

Asensi, G., siehe Sierra, F.

Ashley, R. W., und R. W. Jones, Analyse der Zirkoniumlegierung Zircaloy-2 auf Zinn, Eisen, Chrom und Nickel 57. — Siehe auch Jones, R. W.

el Asmar, M. F., siehe Wahba, N.

Asmus, E., siehe Arendt, I.

Athavale, V. T., L. M. Mahajan, N. R. Thakoor und M. S. Varde, Bestimmung von Nickel in Uran 297

Athavale, V. T., K. P. Oke und M. M. Tillu, Schnellbestimmung von Thorium in Ilmenitsand 65. — Siehe auch Tillu, M. M.

van Atta, R. E., und D. R. Jamieson, Polarographische Bestimmung von aliphatischen Aldehyden und Ketonen 457

Auterhoff, H., Bestimmung von Anthracengruppen 74. — Von Anthrachinon in Drogen 79

Axelrod, A. E., siehe Martin Ch. J.

Ayers, B. O., siehe Claudy, H. N.

Babenišev, V. M., und A. I. Blesnova, Bestimmung von Magnesium 286

Babko, A. K., und P. V. Marčenko, Bestimmung von Zink, Cadmium, Molybdän und Wismut in Zirkoniummetall hoher Reinheit 298

Baker, M. R., und B. L. Vallee, Einflüsse auf die Lichtemission in der Flammenphotometrie 194/95. — Siehe auch Fuwa, K.

Baldwin, D., siehe Steinberg, D.

Baliga, B. P., M. E. Bayliss und C. M. Lyman, Bestimmung von freien Lysin-ε-Aminogruppen in Baumwollöl 386

Ballester, M., und J. Riera, Bestimmung von Chlor in hochchlorierten organischen Verbindungen 451

Banerjea, D., siehe Tripathi, K. K.
Banks, Ch. V., und R. V. Smith, Bestimmung von Palladium mit 4-Methyl-1,2-cyclohexandiondioxim 376
Bardin, M. B., und V. S. Temjanko, Polarographische Bestimmung von Gold 363
Bare, M., siehe Altshuller, A. P.
Barnes jr., L., und M. S. Pawlak, Bestimmung von Wasser in Vinyläthern 395
Bartels, U., und H. Hoyme, Komplexometrische Endbestimmung von Schwefel in organischen Substanzen im Anschluß an verschiedene Aufschlußverfahren 47
Basińska, H., und Z. Orylski, Bestimmung von Wismut mit Kaliumcyanoferrat(II)-lösung 370
Basiński, A., und M. Lango, Potentiometrische Bestimmung von Thorium mit Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung 366
Bate, L. C., siehe Surak, J. G.
Bauer, V., siehe Raftopoulo, R., sowie Staudinger Hj.
Baum, P., und R. Czok, Bestimmung von ionisiertem Magnesium im Plasma 315
Baum, P., R. Czok und H. Nieth, Bestimmung von Magnesium im Plasma 315
Baumgartner, R., und K. Leupin, Isolierung von Barbaloin 74
Bayliss, M. E., siehe Baliga, B. P.
Beach, A. L., und W. G. Guldner, Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff in Reinstmetallen 200
Beamer, W. H., siehe Gray, P. R.
Beamish, F. E., siehe Plummer, M. E. V.
Bean, R. C., und G. G. Porter, Möglichkeit der Unterscheidung von Zuckern und Zuckeralkoholen 144
Becher, H. J., siehe Dieterle, W.
Becker, W. W., siehe Levine, V. E.
Beeghly, H. F., Bestimmung von Aluminiumnitrid im Stahl 61
Beevers, J. R., und B. Breyer, Bestimmung von Titan neben viel Eisen 369
Beinroth, G., siehe Plathe, R.
Belcher, R., D. I. Rees und W. I. Stephen, Untersuchung über die Eigenschaften von N-Phenylanthranilsäure 130
Bellen, N., und M. Szelagowska, Bestimmung von 5-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-2-sulfochlorid in technischen Zwischenprodukten der organischen Synthese 394
Bellen, Z., Bestimmung von Formaldehyd und Polyoxymethylen nebeneinander 379
Bender, A. E., J. A. Palgrave und B. H. Doell, Bestimmung von Aminosäuren 320
Benford, Ch. L., siehe Chrisler, R. O.
Bennewitz, R., und I. Tänzer, Schnelle chelatometrische Bestimmung von Phosphat bei der Verbrennung nach Schöniger 46
Vanden Berg, R. H., siehe Brandt, M.
Bergner, K. G., und H. Meyer, Bestimmung von Glycerin in Weinen und Säften 383
Bergstresser, K. S., Bestimmung von Niob in Tantal 203
Bermejo-Martínez, F., und M. Paz-Castro, Bestimmung von Nickel und Kobalt 447
Bernhart, D. N., und A. R. Wreath, Bestimmung von Phosphat 378, 441
Bertram, S. H., Bestimmung von Fettsäuren 385
Betcke, W., siehe Jahr, K. F.
Bethea, R. M., und T. D. Wheelock, Trennung von C_1-C_4-Nitroparaffinen 139
Bhalerao, V. R., und F. A. Kummerow, Papierchromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone der gesättigten aliphatischen Aldehyde C_1-C_9 140
Bhattacharjee, A. S., siehe Mukherjee, S. N.
Bhattacharjee, P. K., siehe Mukherjee, S. N.
Bhuchar, V. M., siehe Verma, M. R.
Biers, S. H., siehe Stevenson, G. W.
Bird, L. L., siehe Ziegler, C. A.
LeBlanc, R. B., Bestimmung von N,N′-Äthylendiglycin und Nitrilotriessigsäure in Äthylendinitrilo-tetraessigsäure 461
Blanchard, F. A., siehe Sterling, G. B.
Blanzat, A., Apparatur zur Feuchtigkeitsbestimmung von Kohlen 154
Blasius, E., und K. Riebartsch, Kontrolle des qualitativen Trennungsganges mit Hilfe von Radionukliden. I. Verhalten des Thalliums 336 [Or]
Blesnova, A. I., siehe Babenišev, V. M.
Blom, L., und J. Caris, Bestimmung von Nitroverbindungen, insbesondere von Dinitrophenylhydrazonen von Carbonylverbindungen 140

Blumenkrantz, N., Bestimmung von Mucopolysacchariden 320
Boardman, N. K., Über die Chromatographie von Proteinen und Insulin an Celite-Ionenaustauschern 218
Bockemüller, W., Zonenelektrophorese in Agar-Gel 284
Boelsma-van Houte, siehe Böttcher, C. J. F.
Böttcher, C. J. F., F. P. Woodford, Boelsma-van-Houte und C. M. van Gent, Analyse von Fettstoffen, die aus Menschenarterien und anderen Geweben extrahiert wurden 319
Boguth, W., und V. Horn, Photometrische Phosphorbestimmung in Serum 213
Bokhoven, C., Massenspektrometrische Analyse organischer Verbindungen 451
Boldina, S. M., und N. T. Kazanceva, Unterschiede zwischen der colorimetrischen und gravimetrischen Molybdänbestimmung in Erzen, Konzentraten und Abbränden 66
Bonhorst, C. W., und J. J. Mattice, Spektralphotometrische Bestimmung von Selen im biologischen Material 316
Booman, G. L., siehe Yamamura, S. S.
Boos, R. N., Mikrobestimmung von Schwefel in organischen und anorganischen Sulfaten 47
Booth, E., und A. Parker, Bestimmung von Sauerstoff in Beryllium 55
Borecky, J., Nachweis von Arylsulfonsäuren auf Chromatogrammen 148
Borkowski, T., und I. Madecka-Borkowska, Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren nach der densitometrischen Methode 215
Borner, K., siehe Mattenheimer, H.
Bose, A. K., siehe Suryanarayana, S. V.
Bourrillon, R., und J. Michon, Bestimmung von Zucker in Glykoproteiden 221
Bouthilet, R. J., und W. Lowrey, Gaschromatographische Bestimmung der Fuselöle in Weinbrand 384
Bowen, F. J., siehe Silverman, H. P.
Bowen, H. J. M., Bestimmung von Chlor, Brom und Jod in biologischem Material 213
Bowen, J. E., siehe Liederman, D.
Boyd, G. S., siehe Reid, R. H. P.
Bozalek, S. J., siehe Morris, A. G. C.
v. Bradke, M., siehe Hüser, R.
Bradley, A., und N. V. Sutton, Herabsetzung der Luminescenzausbeute von Phosphoren durch Spurenelemente 130
Bradley, H. B., und D. J. Neal, Bestimmung von Aminoalkylalkoxysilanen 396
Bradshaw, W. G., siehe Silverman, L.
Brand, F. C., siehe Sperry, W. M.
Brandstätter-Kuhnert, M., und A. Kofler, Identitätsprüfung und Polymorphie der Sexualhormone 228
Brandt, M., und R. H. Vanden Berg, Bestimmung von Tetraäthylblei in Gasolin 156
Bratton, A. C., und E. K. Marshall jr., Bestimmung von Kynurenin 233
Brenner, N., und L. S. Ettre, Kondensationssystem zum Fraktometer 154 C 125
Breyer, B., siehe Beevers, J. R.
Bricke, M. E., und E. A. Lavrova, Anwendung des photoelektrischen Steelometers zur Bestimmung von Blei, Kupfer, Zink in Erzen und Flotationsrückständen 301
Brodie, A. F., und F. Lipmann, Bestimmung von Gluconolacton und Galaktonolacton 381
Brookes, M. H., siehe Hermann, F.
Brown, K. D., siehe Helbert, J. R.
Brown, R. A., D. J. Skahan, V. A. Cirillo und F. W. Melpolder, Massenspektrometrie hochmolekularer Verbindungen 159
Brown, W. B., und J. F. Steinbach, Photometrische Bestimmung von Kobalt als Rhodanatokomplex 375
Bruch, J., Spektrometrische Untersuchungen in Gußstahlwerken 60
Brunius, E., Untersuchungen von Vitamin A in Öl 387
Bruno, S., und E. Arbore, Bestimmung von Adrenalin und Novocain 397
de Bruyn, J. W., und J. G. van Hall, Bestimmung von Hyoscyamin und Scopolamin 312
Bua, E., und P. Manaresi, Analyse von Äthylen-Propylen-Copolymerisaten 160
Bua, E., P. Manaresi und L. Motta, Bestimmung von Propadienspuren in Propen 157
Bucerzan, I., siehe Grecu, I.

Budĕšínský, B., und J. Körbl, Oxydimetrische Hydroxylaminmethode zur Carbonylbestimmung 140
Burrill, A. M., siehe Crisler, R. O.
Burros, C. L., siehe Surak, J. G.
Burton, A. L., siehe Miller, G. L.
Buscaróns, F., und L. M. Munné, Reaktion von 2-Carboxyisonitrosoacetanilid und seinem Methylester mit Metallionen 447. — Gravimetrische Bestimmung von Palladium 447
Busev, A. I., und V. G. Tipcova, Bestimmung von Thallium(III)-salzen 291
Buyk, J. J., siehe Kies, H. L.
Bykov, I. E., und L. S. Gorškova, Bestimmung von Tellur in Kupferlegierungen 54

Cabell, M. J., und I. Milner, Bestimmung von Niob in Tantal 203
Cacace, F., M. Ikram und M. L. Stein, Bestimmung von Methanol, Äthanol, Acetal, Essigsäureäthylester und Acetaldehyd in Branntwein 384
Caccia, P. A., Bestimmung von p-Aminosalicylsäure und p-Aminophenol 151
Caldwell, J. E., siehe Stewart, F. N.
Caley, E. R., und G. R. Kahle, Fluorbestimmung als Lithiumfluorid 372
Campbell, R. H., und M. G. Mellon, Colorimetrische Bestimmung von Bor 439
Canbäck, T., und J. G. L. Harthon, Fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 78
Capizzi, F. M., siehe Giuffrè, L.
Card, C. S., siehe Rabatin, J. G.
Carey, P. L., siehe Maass, A. R.
Caris, J., siehe Blom, L.
Carlton, J. K., siehe Shingler, A. J.
Castano, F. F., siehe Hilf, R.
Cavett, J. W., siehe Heotis, J. H.
Ceauşescu, D., Acidimetrische Mikrobestimmung von Natrium nach Fällung als Natriumzinkuranylacetat 1 [Or]
Čelechovský, J., und D. Svobodová, Bestimmung stickstoffhaltiger Basen 307
Champeix, L., H. Chevillard und J. Ponty, Bestimmung geringer Mengen Kohlenstoff in Uran 297
Chandra, U., siehe Wurziger, J.
Charbonnier, E., siehe Karagounis, G.
Chatten, L. G., und L. Levi, Identifizierung und Unterscheidung sympathicomimetischer Amine 78
Chen, C., J. Wheeler und H. E. Tewell jr., Bestimmung von Corticoiden 228
Cheng, K. L., Mikrobestimmung von Selen 316
Chevillard, H., siehe Champeix, L.
Chipault, J. R., und J. M. Hawkins, Bestimmung von konjungierten cis-trans und trans-trans-Methyloctadecadienoaten 459
Chleck, D. J., siehe Ziegler, C. A.
Chlystova, A. D., siehe Tarasevič, N. I.
Chomse, H., und I. Arend, Nachweis von Phthalsäure 151
Chrisler, R. O., und Ch. L. Benford, Analyse von Jononen und Methyljononen 153
Christian, J. E., siehe Kaiser, D. G.
Christman, D. R., und C. M. Paul, Bestimmung von Kohlenstoff-14 und von Tritium 377
Ciccarone, P. A., G. Thomas und W. G. Verly, Bestimmung von Tritium mit einem Proportionalzähler und Herstellung der Proben 359
Činková, O., siehe Jančík, F.
Cirillo, V. A., siehe Brown, R. A.
Clarey, D. H., siehe Gray, P. R.
Clarke, M. F., Bestimmung von Pantothensäure mit Lactobacillus casei und L. plantarum 388
Claudy, H. N., F. W. Karasek, B. O. Ayers und J. G. Skinner, Analysenapparat zur Sulfatbestimmung bei der Phosphorsäureherstellung 70
Clevererley, B., Bestimmung von trans-Doppelbindungen in C_{18}-Säuren und Estern 459
Clifford, A. F., und R. R. Olsen, Bestimmung von p-Phenylendilithium 149
Cobler, J. G., siehe Sterling, G. B.
Cohen, I. R., und A. P. Altshuller, Bestimmung von primären Nitroparaffinen 139
Coldwell, B. D., Tüpfelteste auf Explosivstoffe 305
Collins, P. F., H. Diehl und G. F. Smith, Bestimmung von Eisen in Kalksteinen, Silicaten und feuerfesten Steinen 389
Connors, K. R., und T. Higuchi, Endpunktsbestimmung bei der Wasserbestimmung nach Karl Fischer 360
Cooney, B. A., und J. H. Saylor, Bestimmung von Aluminium und Gallium nebeneinander 287

Cooper, F. P., siehe Moorley, H. V.
Cori, O., und F. Lipmann, Bestimmung von Gluconolacton und Galaktonolacton 381
Covell, D. F., Bestimmung der Gammastrahlen-Aktivität aus dem integrierten Absorptionspeak 126
Crable, G. F., G. L. Kearns und M. S. Norris, Bestimmung von Aromaten beim Beschuß mit Niederspannungselektronen 462
Craig, B. M., und N. L. Murty, Analyse der Fettsäuren von Sojabohnen-, Leinsamen-, Korn-, Sonnenblumensamen- und Erdnußöl durch Gaschromatographie 385
Cramér, K., und B. Isaksson, Modifizierung der Theorell-Methode zur Bestimmung des Gesamtcholesterins im Serum 224
Cremer, E., A. Faessler und H. Krämer, Vorliegen einer Verbindung Si_2O_3 in dünnen Schichten 292
Crisler, R. O., und A. M. Burrill, Bestimmung aliphatischer alkoholischer Hydroxylgruppen 453
Cucu, V., und E. Tarpo, Bestimmung der Wirkstoffe der Frangularinde 79
Cumburidge, Bestimmung von Anthracengruppen 74
Cutitta, F., und Ch. E. White, Bestimmung von Magnesium als Bissalicylidenäthylendiaminkomplex 364. — Siehe auch White, Ch. E.
Cyvina, B. S., und O. V. Konkova, Bestimmung von Aluminium in Titan und Titanlegierungen 55
Czerepko, K., siehe Sikorska-Tomicka, H.
Czerwiński, W., Bestimmung der Reinheit von Terephthalsäure 149
Czok, R., siehe Baum, P.

Dacko, V. G., siehe Kaplin, V. T.
Daiev, C., siehe Jordanov, N.
Dal Nogare, siehe unter N
Daniel, L. J., siehe McOsker, D. E.
Danielsson, A., F. Lundgren und G. Sundkvist, Tape-Maschinen zur kontinuierlichen spektrochemischen Analyse pulverförmiger Substanzen 282
Danielsson, A., und G. Sundkvist, Probenvorbereitung für die spektrochemische Analyse 283
Danielsson, B., siehe Schill, G.
Davis, D. G., Coulometrische Titration von Mangan als Permanganat mit elektrolytisch erzeugtem Vanadylion 372. — Bestimmung von Eisen und Cer nebeneinander 373
Deckert, W., Die exakte Bestimmung niedriger Kohlensäurekonzentrationen in Luft 163 [Or]
Deiss, W. P., siehe Wynn, J.
Demidov, A. V., L. A. Mochov und B. E. Malyškin, Bestimmung von Brennstoffdämpfen in der Luft 49
Denissen, R., siehe Wachsmuth, H.
Denz, L., siehe Keller, W.
Deshmukh, G. S., and J. P. Srivastava, Polarographic Determination of Uranium and Molybdenum in Presence of Each Other 28 [Or]
Deshmukh, G. S., S. V. Tatwawadi und M. S. Vaikuntam, Bestimmung von einwertigem Thallium 291
Desty, D. H., und C. L. A. Harbourn, Haushaltswaschmittel als Säulenmaterial in der Gaschromatographie 283
Detert, F. L., siehe Farley, L. L.
Deveraux, H., siehe Martin, J. A.
Diebel, H., und W. Hanle, Erfahrungen mit dem Gitterspektrometer 60
Dieckert, J. W., siehe Hamilton, J. G.
Diehl, H., und G. F. Smith, Darstellung von Sulfatocersäure 130. — Siehe auch Collins, P. F.
Diehl, W., siehe Hildebrand, H.
Diemair, W., und C. Gundermann, Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium, Natrium und Calcium in eiweißreichen Flüssigkeiten 399
Dieterle, W., und H. J. Becher, 1-Phenyl-5-mercapto-tetrazol als Reagens auf Zinkionen 118 [Or]
Dimler, R. J., siehe Schaefer, W. C.
Dobkina, B. M., und E. I. Petrova, Bestimmung von Tantal mit Pyrogallol 293
Doell, B. H., siehe Bender, A. E.
Doerffel, K., Statistik in der analytischen Chemie 122
Doisy, E. A., siehe Matschiner, J. T.
Doisy jr., E. A. siehe Matschiner, J. T.
Doležal, J., J. Drahoňovská und J. Zýka, Verwendung des Silberreduktors in der chemischen Analyse 131. — Siehe auch Šulcek, Z.
Dornetzhuberová, M., siehe Gvozdjak, J.
Dowson, W. M., Reduktion von Arsen(V) mit Ammoniumjodid und Bestimmung als As_2S_3 mit Schwefelwasserstoff 370

Drahoňovský, J., siehe Doležal, J.
Drahowzal, F., und D. Klamann, Bestimmung von Sulfochloriden 394
Duffield, W. D., Bestimmung von Kobalt neben Kupfer und Nickel 375
Dugandžić, M., H. Flaschka und A. Holasek, Bestimmung von Natrium im Blutserum 314
Duggan, D. E., Spektrofluorometrische Bestimmung der Tocopherole im Plasma 231
Dunbar, R. E., und C. C. Moore, Nachweis von Carboxylsäuren auf mikroskopischem Wege 457
Durrett, L. R., Bestimmung von Lösungsmittelverunreinigungen in Wachsen und Schmierölen 157
Dyck, R., und Th. J. Velder, Analyse von Molybdän-Metallpulver 58
Dyfverman, A., Bestimmung von Thallium in biologischem Material 211
Dyrek, M., siehe Rokosz, A.
Džaparidze, E. K., Bestimmung kleiner Bariummengen in Industrieabwässern 52

Easterday, C. L., Spektrochemische Analyse von Zirkoniummetall 56
Eckhard, S., Erfahrungen mit dem Spektrometer der Firma Leitz 60. — Siehe auch Püschel, A.
Eddy, C. R., siehe Smith, A. M.
Eger, Ch., und J. Lipke, Bestimmung von Fluor und Phosphor in organischen Verbindungen 378
Eger, Ch., und A. Yarden, Fluorbestimmung 378
Ehrenberg, L., siehe Trzebiński, J.
Elinson, S. V., und L. I. Pobedina, Bestimmung von Silicium in Zirkon 208
Elliott, W. H., siehe Matschiner, J. T.
Ellis, G. H., und C. A. Hetzel, Bestimmung von Meprobamat im Harn 238
Ellis, R., und A. M. Gaddis, Papierchromatographische Trennung von Aldehyden und Ketonen als Dinitrophenylhydrazone 457
Éllö, L., Bestimmung von Sulfonamiden in Blut und Harn 320
Emmerson, J. L., und T. S. Miya, Nachweis von Meprobamaten auf Papierchromatogrammen 397
Endo, Y., und H. Takagi, Bestimmung von Aluminium und Eisen in Cr-Klinkern und Cr-Erzen 209
Erdey, L., und G. Svehla, Über die Fehlerberechnung von indirekten Analysen 8 [Or]. — Siehe auch Mázor, L.
Erley, D. S., siehe Sterling, G. B.
Etienne, A., siehe Pro, M. J.
Ettre, L. S., siehe Brenner, N.

Fabrikant, I., siehe Wynn, J.
Faessler, A., siehe Cremer, E.
Fairing, J. D., und F. R. Short, Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten 52
Fales, F. W., Oxydationsmethode mit Perjodat zur Bestimmung der Glykogen-Endgruppen 145
Fankuchen, I., siehe Felten, E. J.
Farley, L. L., F. L. Detert, S. W. Nicksic und W. P. Webb, Brenner zur Verbrennung fester organischer Proben 377
Fedorov, G. M., Bestimmung von Koproporphyrin im Harn 232. — Siehe auch Reznik, Ja. B.
Fedoseev, P. N., und N. P. Ivašova, Bestimmung von Chlor in organischen Verbindungen 451
Feeney, F., siehe Pro, M. J.
Fehle, R., siehe Wollweber, G.
Feigl, F., Spot Tests in Inorganic Analysis 121 [L]
Feigl, F., und E. Jungreis, Tüpfelteste zum Nachweis von Phenoldämpfen und aromatischen Sauerstoffverbindungen 463. — Nachweis von Phenolestern und Phenoläthern 464
Feldmann, E. G., und H. M. Koehler, Bestimmung von Lidocain mit cis-Aconitinanhydrid 75
Felten, E. J., I. Fankuchen und J. Steigman, Röntgenfluorescenzanalyse 124
Ferdet, J., siehe Willemart, R.
Ferrans, V. J., siehe Hack, M. H.
Figarová, M., siehe Řezáč, Z.
Filimonov, L. N., und V. V. Poljakova, Spektralanalytische Standards 122
Filippova, K. I., und L. P. Ivanova, Kupferbestimmung in Aluminiumlegierungen 296
Fischl, J., Bestimmung von Eisen in Hämoglobin 214
Fisher, D. J., siehe Kelley, M. T., sowie Surak, J. G.
Fisher, G. S., siehe Kenney, R. L.
Fishman-Goldenberg, V., und P. E. Spoerri, Bestimmung von Dicarbonsäuren und ihren Derivaten 142

Fitzgerald, D. M., Chelatometrische Bestimmung von Bariumchlorid 47
Flaschka, H., siehe Dugandžić, M.
Fleischer, K. D., siehe Tuckerman, M. M.
Flek, J., siehe Šedivec, V.
Flöss, E., siehe Karagounis, G.
Forist, A. A., Bestimmung des Antibioticums Psicofuranin 399
Formanek, K., und H. Höller, Flavyliumperchlorat als Reagens in der Papierchromatographie 126
Foster, jr. W. H., und D. N. Hume, Einflußgrößen auf die Linienemission bei der Flammenphotometrie 194. — Kationenstörung bei flammenphotometrischen Analysen 195
Franc, J., Bestimmung der in Saccharin enthaltenen Verunreinigungen 398
Frazier, A. R., siehe Martin, Ch. J.
Freeman, N. K., siehe Nelson, G. J.
Freiskorn, R., siehe Albers, P.
Friedrich, H., Maßanalytische Bestimmung von Arbutin in Folia Uvae Ursi 76
Friedrich, K., Gaschromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen an verschiedenen Kieselgelen 136
Friend, J., und T. O. M. Nakayama, Bestimmung der Bestandteile von Carotinoidextrakten von Blattgeweben 158
Fritz, J. S., und G. H. Schenk, Bestimmung organischer Hydroxylgruppen durch katalysierte Acetylierung 134
Fuchs, J., siehe Jahr, K. F.
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fujiwara, S., siehe Ishii, K.
Fukushima, S., M. Shigemoto, I. Kato und K. Otozai, Zugabeverfahren bei der Spektralanalyse 207
Fukushima, S., K. Takahashi, S. Terasaka und K. Otozai, Zugabeverfahren bei der Spektralanalyse 208
Fulton, R. A., siehe Affens, W. A.
Fuwa, K., R. E. Thiers, B. L. Vallee und M. R. Baker, Experimentelle Ergebnisse zur Flammenabkühlung in der Flammenphotometrie 195

Gaddis, A. M., siehe Ellis, R.
Galton, V. A., und R. Pitt-Rivers, Trennung von Thyroidhormonen in Serum und Geweben 227
Gardner, R. D., und A. D. Hues, Bestimmung von Rhodium in Uran-Rhodiumlegierungen 206
Garoglio, P. G., Erkennung naturreiner Weine an Hand des K-Wertes 383
Gastaud, J. M., siehe Maurel, A.
Gaur, J. N., siehe Zutshi, K.
Gautier, J.-A., J. Renault und J. Rabiant, Nachweis von Alkaloiden als Tetraphenyloborate 398
Gautsch, O., siehe Koch, W.
Genge, C. A., Massenspektrometrische Analyse von Harzsäuren 304
van Gent, C. M., siehe Böttcher, C. J. F.
Gerdom, K. H., siehe Unger, K.-D.
Getoff, N., Radiochemische Bestimmung von Hafnium in Zirkonium 203
Giber, J., und T. Meisel, Bestimmung von Nitromethan neben Nitrit in gasförmigen Produkten der Nitrierung von Methan 455
Gilbert, N., siehe Saltzman, B. E.
Ginsburg, L., Gaschromatographische Bestimmung von Mono-, Di- und Triäthylenglykol in Mischungen 142
Giuffrè, L., und F. M. Capizzi, Bestimmung von Lithium neben Aluminium 360. — Bestimmung von Aluminium und Titan 366
Gjessing, L. R., Bestimmung von Calcium und Magnesium in Serum, Cerebrospinalflüssigkeit und Urin 316
Glasner, A., und M. Steinberg, Bestimmung von Cer(III)-oxalat 366
Glenn, R. A., siehe Katz, M.
Gochstein, J. P., und G. A. Kutyreva, Bestimmung von Ytterbium neben großen Mengen Erbium 289
Gohlke, R. S., siehe McLafferty, F. W.
Golovatyj, R. N., und M. N. Kotovskaja, Trennung Eisen-Kobalt und Aluminium-Beryllium 373
Golubow, J., siehe Martin, Ch. J.
Gorin, G., siehe Katyal, J. M.
Gorjušina, V. G., und T. A. Arčakova, Fällung von Uran als Arsenat 290
Gorškova, L. S., siehe Bykov, I. E.
Gotô, H., und Y. Kakita, Extraktion von Metallsalzen mit Methyl-Isobutylketon aus saurer Lösung 127
Gotô, H., und E. Sudô, Flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium 363
Gotô, H., S. Suzuki, J. Kimura und A. Onuma, Bestimmung des Sauerstoffs in Gußeisen 63
Goulden, J. D. S., Möglichkeiten der IR-Spektroskopie in wäßrigen Lösungen 283

Gracián, J., Vioque, E., und M. Pilar de la Maza, Bestimmung der Fettsäuren des Olivenöls 385
Gráf, L., siehe Tóth, J.
Granfel'd, A. I., siehe Švarc, D. M.
Grassmann, W., und A. Riedel, Papierchromatographische Trennung der Dinitrophenylaminoalkohole 142
Graulier, M., Analytische Anwendung der Röntgenfluorescenzstrahlung 283
Gray, P. R., D. H. Clarey und W. H. Beamer, Bestimmung des Verhältnisses zwischen Kohlenstoff und Wasserstoff in flüssigen Kohlenwasserstoffen 136
Grecu, I., V. Handelsmann und I. Bucerzan, Bestimmung von Rivanol in Substanz und in pharmazeutischen Zubereitungen 80
Green, H., Minderbefunde bei der Schwefelbestimmung in Eisenwerkstoffen 205
Greenberg, L. A., und D. Lester, Bestimmung von Ketokörpern 317
Greenhow, E. J., und J. W. Smith, Titration phenolischer Hydroxylgruppen in nichtwäßriger Lösung 148
Griffiths, B. W., und J. E. Logan, Bestimmung von Hexamethylentetramin und Hexamethylentetraminmandelat 141
Groennings, S., Bestimmung von Porphyrinen 155
Grosjean, M., A. Lacam und M. Legrand, Selbstbau eines registrierenden Spektropolarimeters für den Bereich von 240—600 nm 196
Grunert, R. R., und P. H. Phillips, Bestimmung von Cholinesterase 239
Gstirner, F., Bestimmung von Anthracengruppen 74
Gstirner-Holtzem, F., Bestimmung von Anthracengruppen 74
Guennelon, R., Analyse von Tonmineralien 301
Guldner, W. G., siehe Beach, A. L.
Gundermann, C., siehe Diemair, W.
Gunina, V. P., siehe Korenman, I. M.
Das Gupta, H. N., siehe Suryanarayana, S. V.
Gusev, N. I., P. N. Palej, I. G. Sentjurin und I. S. Skljarenko, Arbeiten mit radioaktiven Stoffen 284
Gvozdjak, J., T. R. Niederland und M. Dornetzhuberová, Bestimmung von L-Ascorbinsäure in biologischem Material 230
de Haas, F. H., siehe Okken, R.
Haavaldsen, L., S. Laland, J. McKinley McKee und E. Roth, Isolierung und Bestimmung der Zuckerkomponente von Pyrimidinnucleosiden und -nucleotiden nach der Reduktion 236
Habfast, K., siehe Hüser, R.
Hack, M. H., und V. J. Ferrans, Papierchromatographische Analyse von Plasmalogenen 237
Hackenberg, E., siehe Müller, K. H.
el Hadidy, A., siehe Issa, I. M.
Haenni, E. O., siehe Affens, W. A.
Haerdi, W., und D. Monnier, Bestimmung von Blei im Blut und anderen biologischen Flüssigkeiten 212. — Siehe auch Monnier, D.
Hahn, F. L., Endpunktsbestimmung in der potentiometrischen Analyse 370
Hainberger, L., siehe Kainz, G.
Halfter, G., und W. Kuttler, Verwendung eines automatischen Titriergerätes für Titrationen mit Kaliumpermanganat 111 [Or]
van Hall, J. G., siehe de Bruyn, J. W.
Hall, M. E., Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 457
Halliday, J., siehe Webster, H. L.
Hamaguchi, H., R. Kuroda, M. Yoshida und N. Onuma, Bestimmung von Nitrat oder Salpetersäure 441
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.
Hamilton, J. G., und J. W. Dieckert, Trennung der Gallensäuren durch Glaspapierchromatographie 226
Hamilton, P. B., und R. A. Anderson, Bestimmung von Aminosäuren an Austauscherharzen 216
Handelsmann, V., siehe Grecu, I.
Handley, R., und C. M. Johnson, Mikrobestimmung von Selen im biologischen Material 316
Hanle, W., siehe Diebel, H.
Hanna, J. G., und J. Jura, Bestimmung von Chloriden in Äthylenglykol 157
Hanna, J. G., und H. M. Schramm, Bestimmung von Chlorid in Äthylenoxyd 157. — Siehe auch Siggia, S.
Hansen, O., Mikrobestimmung von Ketokörpern im Blut 317
Harbourn, C. L. A., siehe Desty, D. H.
Harden, J. C., siehe Dal Nogare, S.
Harthon, J. G. L., siehe Canbäck, T.
Hartkamp, H., Photometrische Bestimmung kleiner Kupfergehalte mit 6-Methyl-pyridin-2-aldoxim 185 [Or]

Hashimoto, S., und R. Tanaka, Bestimmung von Cadmiumspuren in Aluminium 55
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Hauser, Th. R., Nachweis von Anthracenverbindungen 463. — Siehe auch Sawicki, E.
Hauss, W. H., und G. Krickau, Analyse langkettiger Fettsäuren des menschlichen Serums 214
Hawkins, J. M., siehe Chipault, J. R.
Hayakawa, H., Bestimmung von Silber und Quecksilber neben Kupfer 286. — Bestimmung von Wismut und Blei 293
Hayashi, S., siehe Ishii, K.
Hazel, J. F., siehe Warren, R. J.
Helbert, J. R., und K. D. Brown, Einfluß von Aminosäuren auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Helmstaedter, G., Untersuchung stickstoffhaltiger Arzneimittel 80
Heming, A. E., siehe Maass, A. R.
Hennart, C., und E. Merlin, Bestimmung von Diacetyl 380
Henneberg-Lańczak, M., Bestimmung der Anthracengruppen in Rhabarberwurzel 74
Heotis, J. H., und J. W. Cavett, Bestimmung von m-Dinitroverbindungen 463
Herbain, M., Bestimmung von Cholesterin im Blut als Digitoninverbindung 224
Hermann, F., M. H. Brookes und C. A. Storvick, Bestimmung von Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase im Blutserum 240
Hestrin, S., Bestimmung von Gluconolacton und Galaktonolacton 381. — Bestimmung von Acetylcholin 397
Hetzel, C.A., siehe Ellis, G. H.
Higuchi, T., siehe Connors, K. R.
Hildebrand, D., und H. Kersten, Aminosäure-Analyse von Wollkeratin 304
Hildebrand, H., und W. Diehl, Erfahrungen mit einem Gitterspektrometer an einem Universitätsinstitut 60
Hilf, R., F. F. Castano und G. A. Lightbourn, Nachweis von Alkaloiden und verwandten Verbindungen 308
Hilton, C. L., Hydroxylzahlen von Polyäthern und Polyestern 454
Hirano, S., und A. Mizuike, Bestimmung kleiner Silbermengen 361
Hirano, S., und H. Sasuga, Bestimmung von Magnetit, Pyrit und Chalkopyrit in Sulfiderzen 209
Hirata, A. A., und D. Appleman, Bestimmung von 1—10 μg Phosphat 441
Hobson-Frohock, A., Einfluß von Wasser auf die Bestimmung von Tocopherolen 388
Hodecker, J. H., siehe Tuckerman, M. M.
Höller, H., siehe Formanek, K.
Hoffman, J. I., Entwicklung der Bezugsmaterialien mit bescheinigter Zusammensetzung 129
Holasek, A., siehe Dugandžić, M.
Hollibaugh, F. D., siehe van Aman, R. E.
Holt, A. S., siehe Moorley, H. V.
Hommes, F. A., Bestimmung von Haptoglobin im Serum 220
Horka, J., siehe Melichar, B.
Horn, V., siehe Boguth, W.
Horwatitsch, H., siehe Kainz, G.
Houck, W. W., siehe Silverman, L.
Howling, H. L., und P. E. Landolt, Flammenphotometrische Lithiumbestimmung in Silicatgesteinen und Waschlösungen 64
Hoyme, H., siehe Bartels, U.
Hsia, S. L., siehe Matchiner, J. T.
Huber, H., siehe Kainz, G.
Hudy, J. A., Gaschromatographische Untersuchung der Methylester von Kunstharzsäuren 304
Hues, A. D., siehe Gardner, R. D.
Hüser, R., K. Habfast und M. v. Bradke, Die Bestimmung der Stickstoff-Isotopenhäufigkeit im Ammoniakstickstoff 429 [Or]
Huff, E., Bestimmung von Gemischen aus Aldehyden und Ketonen 460
Huffman, E. W. D., siehe Staten, F. W.
Hughes, M. A., D. White und A. L. Roberts, Trennung der Isomeren von Xylolen, Kresolen und Toluidinen 147
Hume, D. N., siehe Foster, W. H.
Hunebelle, G., siehe Verly, W. G.
Hunter, D. L., L. L. Petterson und H. Steinberg, Bestimmung von Bor in Borsäureestern 44
Huppes, N., und J. J. de Jong, Kontinuierlich arbeitende Destillationsapparatur für das Laboratorium 133
Hurwitz, J., siehe Weissbach, A.

Icha, F., Polarographische Bestimmung von 6-Azauracil 308
Ichimura, Y., Fluorescenz von Cotarninchlorid 398
di Ieso, F., siehe Montagnani, A.
I-I Yen, siehe Ming-Lien Lu
Ikram, M., siehe Cacace, F.
Indinger, J., siehe Quentin, K.-E.
Isaksson, B., siehe Cramér, K.
Ishibashi, M., T. Fujinaga und K. Izutsu, Verwendung organischer Farbstoffe zur polarographischen Bestimmung von Uran und Zirkonium 367
Ishibashi, M., T. Shigematsu und S. Shibata, Bestimmung von Oxalsäure, Malonsäure, Weinsäure, Citronensäure und Salicylsäure 143
Ishibashi, M., Y. Yamoto und H. Yamada, 1-Hydroxyacridin als neues analytisches Reagens 198
Ishidate, M., und E. Kimura, Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450. — Von Halogen in organischen Verbindungen 451
Ishii, K., S. Hayashi und S. Fujiwara, Theoretische Zusammenhänge der Hochfrequenztitration 198
Israel, Y., Schnellbestimmung von geringen Quecksilber(II)-gehalten 365
Israel, Y., und A. Vromen, Bestimmung von Silber neben Kupfer und anderen Elementen 362, 365
Issa, I. M., M. Hamdy, und A. el Hadidy, Volumetrische Bestimmung von Quecksilber(I)-verbindungen mit alkalischen Permanganat 364
Issa, I. M., R. M. Issa und L. A. Shalaby, Polarographic Analysis. II. Polarography of Uranium in Sulphate Solutions 250 [Or]. — Polarographic Analysis. III. Polarographic Behaviour of Uranium in Phosphoric Acid Solutions 257 [Or]
Issa, R. M., siehe Issa, I. M.
Ivanov, St. A., Einfluß des Konzentrationsverhältnisses auf die Form der Chromatogramme der Fällungschromatographie 197
Ivanova, L. P., siehe Filippova, K. I.
Ivašova, N. P., siehe Fedoseev, P. N.
Ivšinová, R., siehe Jiráček, V.
Izutsu, K., siehe Ishibashi, M.

Jackson, F., siehe Rosenthal, I.
Jackwerth, E., und H. Specker, Zur Bestimmung komplexgebundener Solvensmolekeln an extrahierten anorganischen Verbindungen. III. Mitteilung 81 [Or]
Jacobs, H., siehe Kratz, P.
Jaecker, J. A., und F. Schneider, Bestimmung der Löslichkeit organischer Verbindungen 134
Jäger, H., Analyse von Knoblauch 387
Jahr, K. F., J. Fuchs, W. Betcke, S. Oelsner und S. Skurnia, Eine neue chemische Methode der Wasserbestimmung in organischen Lösungsmitteln 269 [Or]
Jain, B. D., siehe Singhal, S. P.
Jamieson, D. R., siehe van Atta, R. E.
Jančik, F., O. Činková und J. Körbl, Bestimmung von Hydrazinderivaten 153
Jayle, M. F., siehe Weinmann, S. H.
Jean, M., Mikrobestimmung von Arsen 46
Jeffery, P. G., und A. D. Wilson, Ausfällung von Mangan in Silicatgesteinsanalysen 300
Jenkins, D., siehe Reddy, W. J.
Jenkins, E. N., siehe Slee, L. J.
Jiráček, V., J. Netušil und R. Ivšinová, Trennung von Anthocyanen 392
Jirousek, L., siehe Stárka, L.
Johnson, C. M., siehe Handley, R.
Jones, H. C., siehe Kelley, M. T.
Jones, R. W., und R. W. Ashley, Bestimmung von Nickel, Chrom, Molybdän und Niob in 18/8-Stählen 63. — Siehe auch Ashley, R. W.
Jones, S. L., Analyse von Silberloten 54
de Jong, J. J., siehe Huppes, N.
Jordanov, N., und C. Daiev, Photometrische Bestimmung von Cer mit 3,3'-Dimethylbenzidin 289
Judefind, W. L., und E. E. Reid, Trennung höherer Fettsäuren 458
Jung, G. F., siehe Stegemann, H.
Jungreis, E., siehe Feigl F.
Jura, J., siehe Hanna, J. G.
Jureček, M., siehe Petránek, J.

Kahle, G. R., siehe Caley, E. R.
Kainz, G., und L. Hainberger, S. J., Absorption von Kohlendioxyd durch Natronasbest und Natronkalk 44
Kainz, G., und H. Horwatitsch, Zur Kenntnis der Oxydationsvorgänge bei der Elementaranalyse. III. Mitteilung. Aktivierung und Desaktivierung von Oxydationsschichten, die in Kohlendioxydatmosphäre verwendet werden 17 [Or]. — Zur Kenntnis der Oxydationsvorgänge bei der

Elementaranalyse. IV. Mitteilung. Über den Einfluß der Schichtlänge und der Strömungsgeschwindigkeit bei der Verbrennungsanalyse 175 [Or]
Kainz, G., und H. Huber, Anomale Reaktion von Phenolen bei der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke 449. — Anomalie des Indols und seiner Derivate unter den Bedingungen der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke 45
Kainz, G., F. Kasler und H. Huber, Aufklärung der Anomalie von Verbindungen mit aktiven Methylengruppen bei der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke 45. — Anomale Reaktion von Glycin bei der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke 45
Kaiser, D. G., und J. E. Christian, Bestimmung von Arsen und Antimon in pharmazeutischen Präparaten 71
Kakáč, B., Bestimmung von Prednison neben Cortison 306
Kakita, Y., siehe Gotô, H.
Kamieński, B., Potentiometrische Chromatographie zur Bestimmung von Silberspuren 438
Kamp, W., Bestimmung von Coffein und Antipyrin in Gegenwart von Phenacetin 311
Kanzelmeyer, J. H., siehe van Aman, R. E.
Kaplan, B. Ja., Bestimmung von Blei, Zink, Kupfer, Thallium und Indium in Mineralrohstoffen 302
Kaplin, V. T., A. D. Semenov und V. G. Dacko, Zerstörung von organischen Stoffen zur Bestimmung von P und N in Fluß- und Seewässern 295
Karabanov, N. T., siehe Zavarov, G. V.
Karagounis, G., E. Charbonnier und E. Flöss, Chromatographische Spaltung von racemischen Verbindungen 134
Karanov, R. A., siehe Karolev, A. N.
Karasek, F. W., siehe Claudy, H. N.
Karlyševa, K. F., siehe Šeka, I. A.
Karmen, A., Bestimmung von Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase 240
Karolev, A. N., und R. A. Karanov, Bestimmung von CaO und SiO_2 in Schlacken der Bleiaufbereitung 69
Karr, C., siehe Ta-Chuang Lo Chang
Karten, B. S., und T. S. Ma, Bestimmung von Isocyanat- und Isothiocyanatgruppen 459
Kasler, F., siehe Kainz, G.
Kato, I., siehe Fukushima, S.
Katyal, J. M., und G. Gorin, Bestimmung von Mercaptogruppen im Ovalbumin mit Cyanoferrat(III) 217
Katz, M., und R. A. Glenn, Titration phenolischer Hydroxylgruppen 148
Kaufmann, H. P., und W. H. Nitsch, Bestimmung von Fettsäuren 385
Kawase, A., siehe Yanagihara, T.
Kazanceva, N. T., siehe Boldina, S. M.
Kazyak, L., Bestimmung von Meperidin und Nor-Meperidin in biologischem Material 234
Kearns, G. L., siehe Crable, G. F.
Kelker, H., Gaschromatographische Bestimmung von Formaldehyd 3 [Or]
Keller, W., und L. Denz, Bestimmung von Oxalessigsäure im Blut 221
Kelley, M. T., H. C. Jones und D. J. Fisher, Polarograph mit automatischer Eliminierung des Meßzellenwiderstandes 285
Kenney, R. L., T. C. Singleton und G. S. Fisher, Bestimmung von α-Pinen in Terpentinen und anderen Gemischen 306
Kern, H., Quantitative Bestimmung von Gerbstoffen 79
Kersten, H., siehe Hildebrand, D.
Kibrick, A. C., und S. J. Skupp, Säulenchromatographische Trennung höherer Fettsäuren in Form ihrer Chlorphenacylester 458
Kies, H. L., und J. J. Buyk, Coulometrische Bestimmung von Perjodat 445
Kimura, E., siehe Ishidate, M.
Kimura, J., siehe Gotô, H.
Kimura, W., Herstellung von Chlorphenacylester 458
King, Wei-Kau, siehe Ming-Lien Lu
Kingsley, G. R., siehe Schaffert, R. R.
Kiss, A. S., Arsenometrische Bestimmung von Kupfer(I)- und Kupfer(II)-ionen 360
Kitazato, T., und Y. Saeki, Bestimmung von Selen in Erzen 303
Klamann, D., siehe Drahowzal, F.
Kleiner, K. E., und N. V. Obolončik, Bestimmung von Sauerstoff in verschiedenen Metallen und technischen Produkten 58
Klimkovič, E. A., siehe Usatenko, Ju. I.
Knebel, C. N., siehe Walkenstein, S. S.

Koch, W., und O. Gautsch, Chlorvakuumverfahren zum Freilegen der Oxydeinschlüsse in Stählen 62
van Koeckhoven, L., siehe Wachsmuth, H.
Koehler, H. M., siehe Feldmann, E. G.
Körbl, J., siehe Buděšínský, B., sowie Jančik, F., und Vydra, F.
Kofler, A., siehe Brandstätter-Kuhnert, M.
Kolb, J. J., Glasgefäße als Tanks zur Papierchromatographie 126
Kolling, O. W., und McC. L. Smith, Triphenylmethanfarbstoffe als Indicatoren bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure in Eisessig 199
Kolšek, J., und M. Perpar, Bestimmung von Naphtholsulfonsäuren 149
Kolthoff, I. M., und C. J. Sambucetti, Coulometrische Jodometrie 286. — Bestimmung von Fluorid an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 294
Kondo, A., Bestimmung von Fluor in organischen Substanzen 48
Konkova, O. V., siehe Cyvina, B. S.
Kopanica, M., siehe Přibil, R.
Korenman, I. M., V. P. Gunina und L. K. Trifonova, Farbreaktionen von Scandium mit Hydroxyanthrachinonen und 1,1′-Dihydroxyazofarbstoffen 288
Korkisch, J., Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. VI. Methode zur Bestimmung von Zirkonium in Legierungen 403 [Or]
Korolev, V. V., und Ä. E. Vajnštejn, Plasmagenerator als Anregungsquelle bei der Spektralanalyse 122
Kortüm, G., Genauigkeit spektralphotometrischer Messungen 123
Kostjukova, E. S., siehe Rajchbaum, Ja. D.
Kotovskaja, M. N., siehe Golovatyj, R. N.
Kourey, R. E., B. L. Tuffly und V. A. Yarborough, Bestimmung der Hydroformylierungs-Produkte von Sorbinsäureäthylester 141
Kowalczyk, J., Auswertung der Elektrophorese von Blutserum und der dabei erhaltenen Proteinogramme 400
Krämer, H., siehe Cremer, E.
Krasznai, I., siehe Tóth, Z.
Kratz, P., H. Jacobs und B. M. Mitzner, Probensammler für die Gaschromatographie 284
Kretz, R., Die Bestimmung höherer Alkoxylgruppen 421 [Or]
Krickau, G., siehe Hauss, W. H.
Kruse, J. M., Bestimmung organischer Nitroverbindungen durch Coulometrie bei kontrolliertem Potential 456
Küchler, L., siehe Winnacker, K.
Kuether, C. A., siehe Roe, J. H.
Kummerow, F. A., siehe Bhalerao, V. R.
Kurbatov, D. I., Bestimmung von Titan und Niob 292
Kuroda, R., siehe Hamaguchi, H.
Kuttler, W., siehe Halfter, G.
Kutyreva, G. A., siehe Gochstein, J. P.
Kysil, B., und P. Vobora, Bestimmung von Bor in Stählen 204

Lacam, A., siehe Grosjean, M.
Lacoste, R. J., S. H. Venable und J. C. Stone, Bestimmung von geringen Mengen Phenol und Hydrochinonmethylester in monomeren Acrylaten 394
Lakanen, E., siehe Purowski, P.
Laland, S., siehe Haavaldsen, L.
Landolt, P. E., siehe Howling, H. L.
Lang, W., Gerbstoffbestimmung 79
Langejan, M., Nachweis von Eisen in Kobaltchlorid 70
Langford, W. J., und D. J. Vaughan, Trennung von Polyvinylchlorid und Polyvinylacetat 160. — Trennung von Polyvinylchlorid, Polyvinylacetat, Polystyrol, Celluloseacetat und Polyvinylbutyrat 160
Lango, M., siehe Basiński, A.
Lavrova, E. A., siehe Bricke, M. E.
Lazarev, A. I., und V. I. Lazareva, Bestimmung von Cadmium 287. — Bestimmung von Antimon in Molybdänmetall und Molybdaten 59
Lazareva, V. I., siehe Lazarev, A. I.
Leach, S. J., Bestimmung des Disulfidgehaltes von intakten Proteinen 220
Lee, E. H., und G. D. Oliver, Quantitative Analyse mit Wärmeleitzellen in der Gaschromatographie 197
Legrand, M., siehe Grosjean, M.
Lehmann, H., siehe Smith, R. L.
Leloir, L. F., siehe Reissig, J. L.
Lemli, J., Bestimmung der primären und sekundären Heteroside im roten Fingerhut 73
Lench, A., und G. S. Martin, Bestimmung von Gasen in Metallen 53

Leopold, J., und Z. Valtr, Analyse wichtiger Salze der Glucon- und Citronensäure 74
Lester, D., siehe Greenberg, L. A.
Leupin, K., siehe Baumgartner, R.
Levi, L., siehe Chatten, L. G.
Levine, V. E., und W. W. Becker, Bestimmung von Inulin in Blut und Harn 221
Levy, G. A., und A. McAllan, N-Acetylierung und Bestimmung von Hexosaminen 145
Lewis, L. L., und L. M. Melnick, Bestimmung von Calcium und Magnesium mit ÄDTA 438
Liebhafsky, H. A., siehe Zemany, P. D.
Liederman, D., J. E. Bowen und O. I. Milner, Bestimmung von Arsen in Petroleum-Crack-Katalysatoren und Teeren 392
Liedtke, W., siehe Willmer, Th. K.
Lien jr., O. G., Bestimmung von Gluconolacton und Galaktonolacton und deren freien Säuren 381
Lightbourn, G. A., siehe Hilf, R.
Lingane, J. J., Coulometrische Titration von Kupfer(II) mit elektrolytisch erzeugtem Zinn(II) 286
Linskens, H. F., Papierchromatographie in der Botanik 121 [L]
Lipke, J., siehe Eger, Ch.
Lipmann, F., siehe Brodie, A. F., sowie Cori, O.
Little, E. C. S., Bestimmung von Kohlenstoff-14 44
Littlewood, A. B., Empfindlichkeit von Katharometern in binären Gasmischungen 125
Liu, Ta-Chun, siehe Ming-Lien Lu
Lo Chang, Ta-Chuang, siehe Ta Chuang Lo Chang
Loewenthal, H., siehe Smith, R. L.
Logan, J. E., siehe Griffiths, B. W.
Long, C., und D. A. Staples, Chromatographische Trennung der Gesamtcerebroside und Sulfatide aus Rattengehirnen 237
Longwell, J., und W. D. Maniece, Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten 52
Lopez, E., siehe Alfonso, N.
López-Ritas, J., Bestimmung von Nitrat 441
Lowrey, W., siehe Bouthilet, R. J.
Lu, Ming-Lien siehe Ming-Lien Lu
Lüdy-Tenger, F., siehe Rosenthaler, L.
Luke, C. L., Bestimmung von Zinn mit Phenylfluoron in Kupfer- und Bleilegierungen 201
Lukjanov, V. F., S. B. Savvin und I. V. Nikol'skaja, Photometrische Thoriumbestimmung in Zirkon mit Arsenazo III 209
Lundgren, F., siehe Danielsson, A.
Luščik, Ju. N., Bestimmung von Nickel in Kobalt-Arsenerzen 66
Lux, R., siehe Rink, M.
Lyman, C. M., siehe Baliga, B. P.
Lysyj, I., siehe Zarembo, J. E.

Ma T. S., siehe Karten, B. S.
Maass, A. R., P. L. Carey und A. E. Heming, Bestimmung von 3-o-Tolyloxy-1,2-propandiol (Mephenesin) und seines Stoffwechselproduktes in Plasma und Harn 237
McAllan, A., siehe Levy, G. A.
McCrone, W. C., Identifizierung einer Anzahl organischer Substanzen 456
McGinn, C. J., siehe Spencer, C. C.
Machaczka-Janikowa, J., Bestimmung von Silberspuren 438
McKinley, W. P., und J. H. Mahon, Identifizierung von Pesticid-Rückständen in Früchten, Gemüsen und tierischen Fetten 388
McKinley McKee, J., siehe Haavaldsen, L.
McLafferty, F. W., Massenspektrometrische Analyse auf Grund der charakteristischen Rearrangement-Ionen 452
McLafferty, F. W., und R. S. Gohlke, Massenspektren von 50 aromatischen Säuren und Estern 452
MacLagan, N. F., siehe Tombs, M. P.
MacLennan, A. P., H. M. Randall und D. W. Smith, Nachweis und Erkennung von Desoxyzuckern auf Papierchromatogrammen 380
MacMullen, J. A., siehe Walkenstein, S. S.
McNabb, W. M., siehe Warren, R. J.
McOsker, D. E., und L. J. Daniel, Bestimmung von Cholinesterase 239
Madecka-Borkowska, I., siehe Borkowski, T.
Magee, R. J., I. A. P. Scott und C. L. Wilson, Polarographie von Technetium als Pertechnetat 445
Mahajan, L. M., siehe Athavale, V. T.
Mahon, J. H., siehe McKinley, W. P.
Mahowald, T. A., siehe Matschiner, J. T.

Majer, J., M. Šaršúnová und J. Tölgyessy, Gehaltsbestimmung von Alkaloidtinkturen in galenischen Präparaten 310
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Bestimmung von Niob und Tantal 371
Majumdar, A. K., und C. P. Savariar, Spectrophotometric Determination of Beryllium and Zirconium using Chromotrope-2C 170 [Or]
Malá, D., siehe Melichar, B.
Mal'cev, V. F., und V. P. Novak, Bestimmung des Fluorgehaltes von Beizbädern in der Stahlindustrie 61
Malowan, L. S., Isatinoxim als Reagens 285. — Siehe auch Owens, T. P.
Malyškin, B. E., siehe Demidov, A. V.
Manalo, G. D., R. Turse und W. Rieman III, Freies Volumen von Ionenaustauschersäulen 124
Manaresi, P., siehe Bua, E.
Mangold, H. K., Analyse von Lipiden mit der Radioreagensmethode 229
Maniece, W. D., siehe Longwell, J.
Marčenko, P. V., siehe Babko, A. K.
Maros, L., und E. Schulek, Jodometrische Bestimmung von Glucose 143. — Bestimmung von Äthylenglykol, Glycerin und Mannit 459
Marshall jr., E. K., siehe Bratton, A. C.
Martin, Ch. J., J. Golubow, A. E. Axelrod und A. R. Frazier, Nachweis von Chymotrypsin 239
Martin, G. S., siehe Lench, A.
Martin, J. A., und H. Deveraux, Elektrische Zündung für die Verbrennung in der Sauerstoffflasche 43
Marzys, A. E. O., Bestimmung von Niob 203
Masłowski, P., Modifizierte elektrochromatographische Methode zur Trennung von Aminosäuren 215
Matano, N., siehe Yanagihara, T.
Mathur, S. K., siehe Verma, M. R.
Matrka, M., und Z. Ságner, Titration von Anthrachinonmono- und -disulfonsäure 152
Matschiner, J. T., T. A. Mahowald, W. H. Elliott, E. A. Doisy jr., S. L. Hsia und E. A. Doisy, Bestimmung von Gallensäuren 226
Matsudaira, J., und K. Muroi, Wasserbestimmung mit Karl Fischer-Reagens in technischen Produkten 68
Mattenheimer, H., und K. Borner, Herstellung und Eichung von Mikropipetten 133
Mattice, J. J., siehe Bonhorst, C. W.
Maurel, A., und J. M. Gastaud, Bestimmung von Lävulinsäure 460
Mázor, L., T. Meisel und L. Erdey, Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450
Mazurek, I., Nachweis von Aminen mit der Furfurol-Reaktion 455
Mechelynck, Ph., und C. Mechelynck-David, Bestimmung von Nitrat in Gegenwart von Zirkonium 441
Mechelynck-David, C., siehe Mechelynck, Ph.
Meckenstock, K.-U., siehe Umland, F.
Meditsch, J. de Oliveira, Adsorptionsindicator für argentometrische Titrationen 285
Mehrotra, R. C., siehe Tandon, J. P.
Mehta, D. J., siehe Shukla, B. K.
Meisel, T., siehe Giber, J., sowie Mázor, L.
Melichar, B., J. Horka, E. Nečesaná und D. Malá, Bestimmung von Äthanol in pharmazeutischen Zubereitungen und in Nahrungsmitteln 71
Mellon, M. G., siehe Campbell, R. H., sowie Wallace, G. W.
Melnick, L. M., siehe Lewis, L. L.
Melpolder, F. W., siehe Brown, R. A.
Menon, P. G., und D. Singh, Conductometric Estimation of Thorium in Dilute Thorium Chloride 264 [Or]
Menville, R. L., und W. W. Parker, Halogenbestimmung in organischen Substanzen 47
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Merritt jr., Ch., siehe Sullivan, J. H.
Merz, W., Mikroanalytische Schnellbestimmung von Arsen in organischen Substanzen 378
Metcalfe, L. D., Untersuchung langkettiger quaternärer Ammoniumverbindungen 455
Meyer, H., siehe Bergner, K. G.
Michal, J., siehe Šulcek, Z.
Michon, J., siehe Bourrillon, R.
Middleton, G., und R. E. Stuckey, Aufschluß von biologischem Material 391
Mihalovics, E., siehe Schaller, A.
Mikeťuková, V., siehe Suk, V.
Miller, C. C., und D. H. Thow, Bestimmung von Wolfram als Tris-tri-n-butylammonium-12-wolframphosphat 443
Miller, D. O., und J. H. Yoe, Bestimmung von Chromspuren in Humanplasma und roten Blutkörperchen 316

Miller, G. L., und A. L. Burton, Bestimmung von Aldosen mit Hypojodit 143
Mills, P. A., Bestimmung von chlorierten Pesticid-Resten in Nahrungsmitteln durch Papierchromatographie 388
Milner, G. W. C., und J. H. Nunn, Square-wave-Polarographie zur Uranbestimmung in verschiedenen Mineralien 290
Milner, I., siehe Cabell, M. J.
Milner, O. I., siehe Liederman, D.
Milun, A. J., und J. P. Nelson, Bestimmung kleiner Mengen eines sekundären Amins in aliphatischen primären Aminen von hohem Molekulargewicht 139
Minczewski, J., und Z. Skorko-Trybułowa, Bestimmung von Nicotin- und Isonicotin-hydroxamsäure 308
Ming-Lien Lu, Chun-Liu Ta, I-I Yen und Wei-Kau King, Anwendung von Trihydroxyfluoronderivaten zur colorimetrischen Bestimmung von dreiwertigem Antimon 370
Mishra, I. B., siehe Patnaik, D.
Mitchell, L. C., Trennung arsenorganischer Verbindungen 456
Mitzner, B. M., siehe Kratz, P.
Miya, T. S., siehe Emmerson, J. L.
Mizuike, A., siehe Hirano, S.
Mochov, L. A., siehe Demidov, A. V.
Mohr, E., Schnellbestimmung von Aluminium in Kupferlegierungen 53
Monnier, D., Spurenanalyse und ihre Anwendungen 122. — Siehe auch Haerdi, W.
Monnier, D., J. Vogel, W. Haerdi und P. E. Wenger, Mikrobestimmung von Kobalt mit dem Kathodenstrahlpolarographen 374
Montagnani, A., P. Santoianni und F. di Ieso, Bestimmung von SH-Gruppen in Hauthomogenaten 400
Moore, C. C., siehe Dunbar, R. E.
Moore, S., und W. H. Stein, Bestimmung von Aminosäuren 216, 320
Moore, W. A., siehe Post, M. A.
Moorhead, M., siehe Welsh, J. H.
Moorley, H. V., F. P. Cooper und A. S. Holt, Trennung und Identifizierung von Abbauprodukten von Porphyrinen 382
Morgan, E., siehe Phillips, S. L.
Moriya, Y., Aufschlußverfahren zur Borbestimmung in Silicaten 65
Morrell, F. A., siehe Varsel, Ch. J.
Morris, A. G. C., und S. J. Bozalek, Bestimmung von Sulfat in Superphosphat 70
Motojima, K., und H. Hashitani, Bestimmung von Kupferoxinat 305
Motta, L., siehe Bua, E.
Mowery jr., D. F., Trennung und Bestimmung von Methylarabinosiden 145
Müller, K. H., und E. Hackenberg, Bestimmung von Arbutin in Drogen und ihren Zubereitungen 76
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherjee, S. N., P. K. Bhattacharjee und A. S. Bhattacharjee, Bestimmung von Barium, Calcium und Magnesium in Wasser 295
Munné, L. M., siehe Buscaróns, F.
Muroi, K., siehe Matsudaira, J.
Murty, N. L., siehe Craig, B. M.

Nadeau, G., und G. Sobolewski, Nachweis und Bestimmung von Phenothiazinen 147
Nadkarni, M. N., G. G. Nair und Ch. Venkatesvarlu, Bestimmung von Titan in Edelstählen 204
Nager, M., siehe Peurifoy, P. V.
Nair, G. G., siehe Nadkarni, M. N.
Nakayama, T. O. M., siehe Friend, J.
Nazarenko, I. I., siehe Rjabčikov, D. I.
Neal, D. J., siehe Bradley, H. B.
Nečesaná, E., siehe Melichar, B.
Nelson, G. J., und N. K. Freeman, Analyse der Serumphosphatide durch Chromatographie und Infrarotspektrophotometrie 215
Nelson, J. P., siehe Milun, A. J.
Netušil, J., siehe Jiráček, V.
Neu, R., Der Nachweis von Bor in organischer Bindung 343 [Or]. — Nachweis von Flavanonen und Flavonolen 464
Neuss, J. D., siehe Schulz, E. P.
Nicksic, S. W., siehe Farley, L. L.
Niederland, T. R., siehe Gvozdjak, J.
Nieth, H., siehe Baum, P.
Nikitina, E. I., Bestimmung von Titan in Titanborid, Titanchromborid und in metallischem Titan 55
Nikol'skaja, I. V., siehe Lukjanov, V. F.
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.
Dal Nogare, S., und J. C. Harden, Gaschromatograph mit programmierbarer Temperaturregelung 125
Norris, M. S., siehe Crable, G. F.

Norymberski, J. K., R. D. Stubbs und H. E. West, Bestimmung von Corticoiden 228
Novak, V. P., siehe Mal'cev, V. F.
Nunn, J. H., siehe Milner, G. W. C.

Obolončik, N. V., siehe Kleiner, K. E.
Oelsner, S., siehe Jahr, K. F.
Ohashi, S., Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 47
Oke, K. P., siehe Athavale, V. T.
Okken, R., und F. H. de Haas, Gehaltsbestimmung von Succinylcholinchloridlösungen 397
Okura, Y., Verhalten der Nitride von Eisen, Mangan, Silicium, Chrom und Aluminium gegen Brommethan und Jodmethan 61. — Bestimmung von Aluminiumnitrid in Stählen 61
de Oliveira Meditsch, J., siehe Meditsch, J. de Oliveira
Oliver, G. D., siehe Lee, E. H.
Olsen, R. R., siehe Clifford, A. F.
Onuma, A., siehe Gotô, H.
Onuma, N., siehe Hamaguchi, H.
Oosting, M., Quantitative Prüfung von Extraktionsgleichgewichten 128
Oriol-Bosch, A., siehe Schmid, O. J.
Orylski, Z., siehe Basińska, H.
Ostrow, B. H., siehe Steinberg, D.
Otozai, K., siehe Fukushima, S.
Ottendorfer, L. J., Bestimmung von Zirkonium und Hafnium in Gemischen ihrer Oxyde 292
Owens, T. P., und L. S. Malowan, Bestimmung von n-Chlorphenyl-isopropylbiguanidin 73

Di Paco, G. F., siehe Tauro, C. S.
Pak, E. A., siehe Tarasevič, N. I.
Palej, P. N., siehe Gusev, N. I.
Palgrave, J. A., siehe Bender, A. E.
Palmby, A. K., siehe Smith, G. W.
Palouš, R., siehe Pavelka, V.
Parker, A., siehe Booth, E.
Parker, W. W., siehe Menville, R. L.
Parrish, D. B., siehe Shellenberger, T. E.
Parsons, J. S., siehe Voorhies, J. D.
Patnaik, D., I. B. Mishra und K. K. Tripathy, Bestimmung von Fluorid mit Thoriumnitratlösung und Alizarinrot S als Indicator 294. — Siehe auch Singh, K.
Paul, C. M., siehe Christman, D. R.
Pavelka, V., und R. Palouš, Simultanbestimmung von Chlorid und Oxalat mit Silberpermanganat als Maßlösung 444
Pawełczyk, E., J. Pawlaczyk, A. Smoczkiewiczowa und F. Adamanis, Untersuchung von Berberinpräparaten 398
Pawlaczyk, J., siehe Pawełczyk, E.
Pawlak, M. S., siehe Barnes jr., L.
Paz-Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pearse jr., G. A., und R. T. Pflaum, Bestimmung von Kobalt und Nickel mit Oxamidoxim 446
Perpar, M., siehe Kolšek, J.
Petránek, J., M. Večeřa und M. Jureček, Identifizierung von Sulfiden 454
Petrova, E. I., siehe Dobkina, B. M.
Petterson, L. L., siehe Hunter, D. L.
Petzold, K., siehe Riemschneider, R.
Peurifoy, P. V., S. C. Slaymaker und M. Nager, Tetracyanoäthylen als Sprühreagens auf aromatische Kohlenwasserstoffe 146
Pfeiffer, H. G., siehe Zemany, P. D.
Pflaum, R. T., siehe Pearse jr., G. A.
Philips, G., siehe Slee, L. J.
Phillips, P. H., siehe Grunert, R. R.
Phillips, S. L., und E. Morgan, Polarographische Simultanbestimmung von Eisen und Nickel 374
Pietsch, R., Metallfällungen mit substituierten Phenylarsinsäuren 127
Pilar de la Maza, M., siehe Gracián, J., sowie Vioque, E.
Pilipenko, A. T., siehe Žarovskij, F. G.
Pitt-Rivers, R., siehe Galton, V. A.
Plathe, R., und G. Beinroth, Bestimmung von Kohlenstoff in Stahl und Grauguß 62
Plummer, M. E. V., und F. E. Beamish, Bestimmung von Platin und Palladium in Erzen und Konzentraten 390
Pobedina, L. I., siehe Elinson, S. V.
van der Pol, H. J., und R. F. Rekker, Kontrolle von Injektionen und pharmazeutischen Zubereitungen durch UV-Spektrophotometrie 311
Polak, H. L., Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. VI. Die Bestimmung von Ameisensäure und die Analyse von Ameisensäure-Oxalsäure-Essigsäuregemischen 34 [Or]
Poljakova, V. V., siehe Filimonov, L. N.
Ponomarev, A. I., siehe Ageev, N. V.
Ponty, J., siehe Champeix, L.
Popa, I., und L. Armăsecu, Bestimmung von freiem Chlor in der Atmosphäre 49. — Von Acetylen in der Luft 49

Popov, V. V., Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin im Blut 232
Popowicz, J., Bestimmung von Chitin 222
Porter, G. G., siehe Bean, R. C.
Post, M. A., und W. A. Moore, Bestimmung von Chlordioxyd in Wasser 295
Powell, W. A., siehe Varsel, Ch. J.
Praetorius, E., Bestimmung von Harnsäure 236
Přibil, R., und M. Kopanica, Bestimmung von Mangan in Ferromangan 205
Přibil, R., und F. Vydra, Bestimmung von Blei und Aluminium mit o-Phenanthrolin als Maskierungsmittel für zweiwertige Elemente 368. — Siehe auch Vydra, F.
Price, J. M., siehe Roy, J. K.
Price, T. D., siehe Tsuboi, K. K.
Pro, M. J., A. Etienne und F. Feeney, Bestimmung von Kohlendioxyd in Weinen 383
Püschel, A., und S. Eckhard, Ursachen des Auftretens des Alkoholeffektes in der Flammenphotometrie 123
Pulss, G., Eine einfache Mikrobestimmung der Phosphorsäure im Kjeldahlaufschluß von biologischem Material nach der Molybdat-Vanadatmethode 412 [Or]
Pungor, E., und E. É. Zapp, Hochfrequenztitrimetrische Bestimmung von Aluminium 365, 439
Purowoski, P., und E. Lakanen, Bestimmung von Sulfaten in Bodenextrakten 68
Pyke, R. E. siehe Shellenberger, T. E.

Quadrat, O., Aufschluß schwerlöslicher Eisenerze 390
Quentin, K.-E., S. W. Souci und J. Indinger, Bestimmung von Fluor in Kartoffeln und Tee 386

Rabatin, J. G., und C. S. Card, Automatisch registrierende Thermowaage 133
Rabiant, J., siehe Gautier, J.-A.
Radell, E. A., und H. C. Strutz, Identifizierung von Polyacryl- und Polymethacrylsäureestern 396
Raftopoulo, R., Hj. Staudinger, L. Weissbecker und V. Bauer, Untersuchung von Methoden zur Corticoidbestimmung im Harn 228
Rajchbaum, Ja. D., und E. S. Kostjukova, Anwendung des Zugabeverfahrens bei der spektralanalytischen Bestimmung von Indium und Germanium in Erzen 207
Randall, H. M., siehe Mac-Lennan, A. P.
Randell, A., siehe Sjöström, E.
Rao G. Gopala, siehe Rao, V. Panduranga
Rao, G. S., Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen(III) neben Eisen(II) mit Resorcin 373
Rao, P. V. Krishna, siehe Rao, V. Panduranga
Rao, V. Panduranga, P. V. Krishna Rao, und G. Gopala Rao, Titration of Cerium(IV) Sulphate with Sodium Oxalate at the Room Temperature using Ferroin as Internal Indicator 333 [Or]
Rebelein, H., K-Wert zur Erkennung naturreiner Weine 383
Reddy, W. J., D. Jenkins und G. W. Thorn, Bestimmung von Corticoiden 228
Rees, D. I., siehe Belcher, R.
Reeve, L., Fraktionierte Vakuumschmelze 63
Reid, E. E., siehe Judefind, W. L.
Reid, R. H. P., und G. S. Boyd, Bestimmung von Cholsäure und Chenodesoxycholsäure nebeneinander im menschlichen Plasma 226
Reilley, C. N., siehe Schmid, R. W.
Rein, J. E., siehe Yamamura, S. S.
Reissig, J. L., J. L. Strominger und L. F. Leloir, Bestimmung von Glucosamin und Galaktosamin 145
Rekker, R. F., siehe van der Pol, H. J.
Renaud, S., Überlegenheit von Alkohol über die wäßrige Fixierung beim histochemischen Nachweis von Calcium 211
Renault, J., siehe Gautier, J.-A.
Resnik, F. E., siehe Varsel, Ch. J.
Resplandy, A., Bestimmung von Phenolen und ihren Derivaten 148
Reynaud, J., Elektrophorese von Hämoglobin 231, 232
Řezáč, Z., und M. Figarová, Über die Bestimmung von Ammoniakstickstoff in Mischdüngern durch Titration mit Natriumhypochloritlösung 115 [Or]
Reznik, Ja. B., und G. M. Fedorov, Bestimmung von Koproporphyrin im Harn 232

Riebartsch, K., siehe Blasius, E.
Riedel, A., siehe Grassmann, W.
Rieder, H. P., Bestimmung von Eiweiß im Serum 219
Rieman III, W., siehe Manalo, G. D.
Riemschneider, R., und K. Petzold, Manganorganische Verbindungen. 6. Mitteilung. Manganbestimmung in organischen Verbindungen 401 [Or]
Riera, J., siehe Ballester, M.
Riley, J. P., und H. P. Williams, Bestimmung von Aluminium in Mineralien 207. — Von Siliciumdioxyd, Phosphorpentoxyd, Titandioxyd, Aluminiumoxyd, Manganoxyd, Calcium- und Magnesiumoxyd sowie Natrium- und Kaliumoxyd in Mineralien 208. — Gleichzeitige Bestimmung von Wasser und Kohlendioxyd in Silicat- und Carbonatmineralien 300. — Bestimmung von Eisen(II) bei der Mikroanalyse von Silicat- und Carbonatmineralien 300
Rink, M., und R. Lux, Gehaltsbestimmung von Coffein und Theobromin 310
Rjabčikov, D. I., V. A. Zarinskij und I. I. Nazarenko, Potentiometrische Rheniumbestimmung in Anwesenheit von Molybdän 446
Roberts, A. L., siehe Hughes, M. A.
Roe, J. H., und C. A. Kuether, Bestimmung von L-Ascorbinsäure 230
Rokosz, A., und M. Dyrek, Bestimmung von Natrium und Kalium 437
Romijn, H. M., Mikrochemische Reaktionen von Barbitalen mit Kupferacetat und Aminen 73
Rorem, E. S., Nachweis von Phosphorsäureestern auf Papierchromatogrammen 137
Rosenthal, I., F. Jackson und W. Watanabe, Bestimmung von Aminoäthylvinyläther 136
Rosenthaler, L., und F. Lüdy-Tenger, Kaliumfällungsmittel als Alkaloidreagentien 309
Ross, W., und J. C. White, Extraktion und Bestimmung von Thorium in Monazitsand 290
Roth, E., siehe Haavaldsen, L.
Roth, H., Quantitative organische Mikroanalyse 43 [L]
Roubert, J., Bestimmung des Fungicids Captan 396
Roy, J. K., und J. M. Price, Nachweis von Chinolinderivaten im Urin normaler Kaninchen und Schweine 235
Ruggieri, R., Papierelektrophoretische Trennung verschiedener Sulfonamide 78
Rusanov, A. K., und L. I. Sosnovskaja, Einfluß von Fremdelementen bei der Funkenspektralanalyse von Lösungen 123
Ryan, E., siehe Smith, R. L.

el Sadr, M. M., siehe Wahba, N.
Saeki, Y., siehe Kitazato, T.
Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Sahoo, B., siehe Singh, K.
Saltzman, B. E., und N. Gilbert, Analyse von Luft, die Ozon oder organische Oxydationsmittel enthält 49
Šamaev, V. I., siehe Zvjagincev, O. E.
Sambucetti, C. J., siehe Kolthoff, I. M.
Sanger, F., Bestimmung von Lysin-ε-Aminogruppen 386
Sanik jr., J., Bestimmung der Porphyrine in Rohpetroleum 155
Sant, B. R., siehe Sant, Suseela B.
Sant, Suseela B., und B. R. Sant, Bestimmung von Thioglykolsäure 142
Santoianni, P., siehe Montagnani, A.
Šaršunová, M., siehe Majer, J.
Saslaw, L. D., siehe Waravdekar, V. S.
Sasuga, H., siehe Hirano, S.
Sautier, C., Diffusion von Natrium und Kalium beim Menschen und ihre Bestimmung unter Anwendung von ^{24}Na und ^{42}K nach chromatographischer Trennung 315
Savariar, C. P., siehe Majumdar, A. K.
Savvin, S. B., siehe Lukjanov, V. F.
Sawicki, E., W. Stanley und Th. R. Hauser, Nachweis von Chinonen mit äußerem Chinonringsystem 152
Saylor, J. H., siehe Cooney, B. A.
Scariano, N., siehe Simmer, H.
Schaefer, W. C., C. A. Wilham, R. J. Dimler und F. R. Senti, Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in Weizenglutenen 386
Schaffert, R. R., und G. R. Kingsley, Bestimmung von L-Ascorbinsäure 230
Schaller, A., und E. Mihalovics, Komplexometrische Titration des Gesamtzink- und Zinkoxydgehaltes von Lithopone 210
Scharrer, K., und E. Schaumlöffel, Bestimmung von Kupfer in Bodenproben und biologischen Substanzen 67
Schaumlöffel, E., siehe Scharrer, K.

Schenck, H., siehe Unger, K.-D.
Schenk, G. H., siehe Fritz, J. S.
Schenk, H.-J., siehe Arendt, I.
Schill, G., Bestimmung quaternärer Ammoniumionen 138
Schill, G., und B. Danielsson, Dissoziationskonstanten, Verteilungskoeffizienten und Absorptionsspektren von Hexanitrodiphenylamin und Pentanitrodiphenylamin 139
Schluter jr., E. C., Bestimmung von Spuren organischen Stickstoffs in Petrolcumfraktionen 156
Schmid, O. J., A. Oriol-Bosch und K. D. Voigt, Papierelektrophoretische Trennung synthetischer Steroidester 223
Schmid, R. W., und C. N. Reilley, Quecksilberindicatorelektrode 47
Schmitz, K.-G., siehe Unger, K.-D.
Schneider, F., siehe Jaecker, J. A.
Schöniger, W., Verbrennungsmethode 47. — Verbrennung in der Sauerstoffflasche 43. — Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450
Schramm, H. M., siehe Hanna, J. G.
Schrenk, W. G., siehe Shellenberger, T. E.
Schriever, K., Bestimmung der reduzierenden Wirkung organischer Verbindungen 462
Schulek, E., siehe Maros, L.
Schultz, O. E., Bestimmung von Anthrachinon 79
Schulz, E. P., und J. D. Neuss, Colorimetrische Bestimmung von 3-Ketosteroiden und 2,6-di-tert.-butyl-p-kresol 225
Schwab, C. M., siehe Altshuller, A. P.
Schwarz, H., Die photometrische Bestimmung des Vanadiums in Hartmetallen, Carbiden und Oxyden der Metalle Wolfram, Niob, Tantal und Titan 241 [Or]
Schwarzenbach, G., Beziehungen zwischen Stabilität der Metallkomplexe und Struktur der Komplexbildner 129
Scott, I. A. P., siehe Magee, R. J.
Šedivec, V., und J. Flek, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 141
Segonzac, G., siehe Vincent, D.
Seifter, J., siehe Walkenstein, S. S.
Šeka, I. A., und K. F. Karlyševa, Bestimmung von Kupferron und Kupferronaten 128
Seki, T., Säulenchromatographische Trennung von D^4-3-Ketosteroiden 224
Semenenko, K. A., siehe Tarasevič, N. I.
Semenov, A. D., siehe Kaplin, V. T.
Senjavin, M. M., und E. P. Žirov, Ermittlung der günstigsten Arbeitsbedingungen bei säulenchromatographischen Trennungen 196
Senti, F. R., siehe Schaefer, W. C.
Sentjurin, I. G., siehe Gusev, N. I.
Shalaby, L. A., siehe Issa, I. M.
Shapiro, I., siehe Wilson jr., Ch. O.
Sharma, R. K., siehe Verma, M. R.
Sharma, S. S., siehe Verma, M. R.
Shellenberger, T. E., R. E. Pyke, D. B. Parrish und W. G. Schrenk, Flammenphotometrische Bestimmung von Rubidium sowie die störenden Einflüsse der anderen Alkali- und Erdalkalimetalle 437
Sherman, I. R., Lösungsmittel für die Fettanalyse in Lebensmitteln 384
Shibata, S., siehe Ishibashi, M.
Shideler, M. E., siehe Silverman, L.
Shigematsu, T., und M. Tabushi, Bestimmung von Eisen(III) mit Acetylaceton 294. — Siehe auch Ishibashi, M.
Shigemoto, M., siehe Fukushima, S.
Shingler, A. J., und J. K. Carlton, Chromatographisch-spektrophotometrische Methode zur Trennung von Coffein, Theophyllin und Theobromin 310
Shirai, H., Einfluß von Sauerstoff auf das Wechselstrompolarogramm von Metallionen 198
Shome, S. C., siehe Sinha, S. K.
Short, F. R., siehe Fairing, J. D.
Shukla, B. K., und D. J. Mehta, Adaptation of the Bitartrate Method for the Estimation of Potassium in Sea Bittern 355 [Or]
Siekierski, S., Nachweis und Bestimmung von Mono- und Dibutylphosphat in Tributylphosphat 379
Sierra, F., und G. Asensi, Titration von Silber und Kupfer 438
Siggia, S., und J. G. Hanna, Bestimmung von Isocyanat- und Isothiocyanatgruppen 459
Sikorska-Tomicka, H., und K. Czerepko, Untersuchung der Fällungsprodukte von Caprolactam mit Kaliumquecksilberjodid 380
Silverman, H. P., und F. J. Bowen, Bestimmung von Fluorid in Kryolith und Elektrolyten der Aluminiumherstellung 210
Silverman, L., und W. G. Bradshaw, Reinigung von Tetrabutylammoniumjodid für polarographische Zwecke 198

Silverman, L., W. G. Bradshaw und M. E. Shideler, Analyse von Polyphenylen 381
Silverman, L., und W. W. Houck, Untersuchung von Stählen 63
Simmer, H., und N. Scariano, Einfluß des zugesetzten Albumins auf die Bestimmung der Ketosteroide im Urin Schwangerer 225
Singh, D., siehe Menon, P. G.
Singh, K., B. Sahoo und D. Patnaik, Trennung von Uran von Aluminium, Thorium, Cer und Lanthan 368
Singhal, S. P., und B. D. Jain, Identität der Farbreagentien Natriumrhodizonat und Tetrahydroxychinon 131
Singleton, T. C., siehe Kenney, R. L.
Sinha, S. K., und S. C. Shome, Bestimmung von Thorium und Cer mit N-Benzoylphenylhydroxylamin 367. — Von Kobalt und Nickel und ihre Trennung von Kupfer 376
Sjöström, E., und A. Randell, Bestimmung von Tropanalkoloiden neben Morphin in pharmazeutischen Injektionslösungen 313
Sjövall, J., Papierchromatographische Bestimmung von Gallensäuren in Gallen- und Duodenum-Inhalt 226
Skahan, D. J., siehe Brown, R. A.
Skinner, J. G., siehe Claudy, H. N.
Skljarenko, I. S., siehe Gusev, N. I.
Skorko-Trybułowa, Z., siehe Minczewski, J.
Skupp, S. J., siehe Kibrick, A. C.
Skuenia, S., siehe Jahr, K. F.
Slaymaker, S. C., siehe Peurifoy, P. V.
Slee, L. J., G. Philips und E. N. Jenkins, Bestimmung von Neptunium in Plutoniummetall 202
Smith, A. M., und C. R. Eddy, Auflösung der Infrarotspektren von Steroiden 223
Smith, A. N., Photometrische Bestimmung von Eisen in Bodenextrakten mit Catechin 211
Smith, D. W., siehe MacLennan, A. P.
Smith, G. F., siehe Collins, P. F., sowie Diehl, H.
Smith, G. W., und A. K. Palmby, Bestimmung von Blei und Mangan in Benzin 156
Smith, J. W., siehe Greenhow, E. J.
Smith, McC. L., siehe Kolling, O. W.
Smith, R. L., H. Loewenthal, H. Lehmann und E. Ryan, Bestimmung von Serumpseudocholinesterase 240
Smith, R. V., siehe Banks, Ch. V.
Smoczkiewiczowa, A., siehe Pawełczyk, E.
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Sobolewski, G., siehe Nadeau, G.
Sommer, G., Zur Bestimmung der Huminsäuren in Badetorfen 347 [Or]
Somogyi, M., Bestimmung reduzierender Zucker mit alkalischer Kupferlösung 144
Sosnovskaja, L.I., siehe Rusanov, A.K.
Souci, S. W., siehe Quentin, K.-E.
Souter, F., siehe Tombs, M. P.
Southworth, B. C., siehe Tuckerman, M. M.
Špaček, M., Bestimmung von Kynurenin 233
Specker, H., siehe Jackwerth, E.
Spencer, C. C., und C. J. McGinn, Bestimmung von Zuckern mit Hilfe der optischen Drehung 461
Sperry, W. M., und F. C. Brand, Bestimmung der Serumphosphatide 215
Sperry, W. M., und M. Webb, Bestimmung von Cholesterin 224
Špinel, V. S., siehe Vinogradov, A. V.
Spivakovskaja, N. E., siehe Vdovenko, M. E.
Spoerri, P. E., siehe Fishman-Goldenberg, V.
Srivastava, J. P., siehe Desmukh, G. S.
Staib, W., siehe Teller, W.
Stanley, Th. W., siehe Sawicki, E.
Staples, D. A., siehe Long, C.
Stárka, L., und L. Jirousek, Polarographie der Trithione 152
Staten, F. W., und E. W. D. Huffman, Bestimmung von Vanadium 371
Staudinger, Hj., und V. Bauer, Bestimmung von Corticoiden 228. — Siehe auch Raftopoulo, R.
Stegemann, H., und G. F. Jung, Mikrobestimmung von Fluor 443
Steigman, J., siehe Felten, E. J.
Stein, M. L., siehe Cacace, F.
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Steinbach, J. F., siehe Brown, W. B.
Steinberg, D., D. Baldwin und B. H. Ostrow, Bestimmung von Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase 240
Steinberg, H., siehe Hunter, D. L.
Steinberg, M., siehe Glasner, A.
Steinmetz, E. P., Identifizierung von Salzen und Bestimmung ihrer Reinheit 71
Stephen, W. I., siehe Belcher, R.
Sterling, G. B., J. G. Cobler, D. S. Erley und F. A. Blanchard, Analyse eines Polymerisates aus Methyl-

isopropenylketon, Butadien und Acrylnitril 394
Stevenson, G. W., und S. H. Biers, Bestimmung von primären und sekundären Aminen mit Acrylnitril 454
Stewart, F. N., J. E. Caldwell und A. F. Uelner, Verteilung von o- und p-Toluolsulfonamiden 147
Stone, J. C., siehe Lacoste, R. J.
Storvick, C. A., siehe Hermann, F.
Streuli, C. A., Titration organischer Basen in Nitromethan 199
Strominger, J. L., siehe Reissig, J. L.
Stross, P., und R. E. Stuckey, Bestimmung von Mephenesin 237
Strutz, H. C., siehe Radell, E. A.
Stubbs, R. D., siehe Norymberski, J. K.
Stuckey, R. E., siehe Middleton, G., sowie Stross, P.
Sudô, E., siehe Gotô, H.
Suk, V., und V. Miketuková, Eigenschaften von Eriochromcyanin R 131
Šulcek, Z., J. Michal und J. Doležal, Abtrennung von Berylliumspuren aus Gemischen 363
Sullivan, J. H., J. T. Walsh und Ch. Merrit jr., Anwendung einer nichtlinearen Temperaturprogrammierung für gaschromatographische Trennungen 125
Sundkvist, G., siehe Danielsson, A.
Surak, J. G., D. J. Fisher, C. L. Burros und L. C. Bate, Apparatur zur pyrohydrolytischen Bestimmung von Fluorid 444
Suryanarayana, S. V., A. K. Bose und H. N. Das Gupta, Bestimmung von Silber mit Kaliumjodid 362
Sutton, N. V., siehe Bradley, A.
Suzuki, S., siehe Gotô, H.
Švarc, D. M., und A. I. Granfel'd, Spurenanreicherung und Bestimmung von Kobalt, Kupfer, Blei und Zink in Reinstnickel 206
Svehla, G., siehe Erdey, L.
Sverak, J., Bestimmung von Kohlenmonoxyd in wasserstoff- und methanhaltigen Gasen 50
Synek, L., siehe Večeřa, M.
Szarras, L., und G. Tatur, Bestimmung des Arzneimittels Antistin M 306
Szelagowska, M., siehe Bellen, N.

Tabushi, M., siehe Shigematsu, T.
Tachikawa, T., siehe Ueno, K.
Ta-Chuang Lo Chang und C. Karr jr., Gaschromatographische Untersuchung aromatischer Kohlenwasserstoffe in Tieftemperatur-Teer 146
Ta-Chun Liu, siehe Ming-Lien Lu
Tänzer, I., siehe Bennewitz, R.
Takagi, H., siehe Endo, Y.
Takahashi, K., siehe Fukushima, S.
Tanaka, M., Untersuchung über die quantitative elektrolytische Bestimmung von Metallionen 197. — Elektroanalyse von Kupfer-Zink- und Kupfer-Nickellegierungen 296
Tanaka, R., siehe Hashimoto, S.
Tanaka, Y., und S. Yamamoto, Bestimmung von Kaliumcyanid mit Quecksilber(II)-nitratlösung 440
Tandon, J. P., und R. C. Mehrotra, 8-Hydroxyquinoline and 8-Hydroxyquinaldine as Reagents for the Colorimetric Estimation of Chromium 87 [Or]
Tarasevič, N. I., A. D. Chlystova und E. A. Pak, Bestimmung von Wolfram in Molybdän 203
Tarasevič, N. I., und K. A. Semenenko, Bestimmung von Niob in Gesteinen 303
Tarpo, E., siehe Cucu, V.
Tatur, H., siehe Szarras, L.
Tatwawadi, S. V., siehe Deshmukh, G. S.
Tauro, C. S., und G. F. di Paco, Bestimmung von Vitamin B_1, B_{12} und Adenosin-5-monophosphorsäure in Gemischen 229
Taylor, R. E., Bestimmung von Gasen in Plutonium, Uran und Zirkonium 202
Teller, W., und W. Staib, Bestimmung von Corticoiden 228
Temjanko, V. S., siehe Bardin, M. B.
Terasaka, S., siehe Fukushima, S.
Terešin, G. S., Genauigkeit spektrophotometrischer Messungen 123
Tewari, S. N., Detection of Reducing Sugars in Urine Specimens by Paperchromatography 406 [Or]. — Paperchromatographic Analysis of Inks, Dyestuffs and Lipsticks and their Importance in Crime-Detection 408 [Or]
Tewell jr., H. E., siehe Chen, C.
Thakoor, N. R., siehe Athavale, V. T.
Theobald, L. S., Fehlerquellen bei der Verwendung von Polyäthylengefäßen 134
Thiers, R. E., siehe Fuwa, K.
Thomas, G., siehe Ciccarone, P. A., sowie Verly, W. G.
Thomas, R. S., Träger sehr kleiner Einwaagen beim Arbeiten mit Quarzfadenmikrowaagen 132
Thorn, F., Erfahrungen mit dem Gitterspektrometer 60

Thorn, G. W., siehe Reddy, W. J.
Thow, D. H., siehe Miller, C. C.
Tillu, M. M., und V. T. Athavale, Bestimmung von Thorium in Erzen 65. — Siehe auch Athavale, V. T.
Tipcova, V. G., siehe Busev, A. I.
Tölgyessy, J., siehe Majer, J.
Toerien, F. V. S., Bestimmung von Kupfer in Carbonatit 389
Tokarski, J., Mikroskopische Bestimmung von Natrium und Kalium 437
Tombs, M. P., F. Souter und N. F. Maclagan, Bestimmung von Proteinen bei 210 nm 218
Tompsett, S. L., Extraktionsmöglichkeiten von Aminophenolen und Aminobenzoesäuren 223. — Bestimmung von Kynurenin, o- und p-Aminobenzoesäure, 3-Hydroxyanthranilsäure und o-Aminophenol im Harn 233
Toogood, M. J., Bestimmung von Thallium in Natriumjodidkristallen 69
Tóth, J., und L. Gráf, Bestimmung des Gasolingehaltes von Erdgas 155
Tóth, Z., und I. Krasznai, Bestimmung von Carbaminsäureestern 72
Trapeznikov, V. A., siehe Ageev, N. V.
Trifonova, L. K., siehe Korenman, I. M.
Tripathi, K. K., und D. Banerjea, Nicotinamidoxime as an Analytical Reagent. Part III. Polarographic Studies on the Nature of the Nickel Complex and Spectrophotometric Determination of the Metal 91 [Or]
Tripathy, K. K., siehe Patnaik, D.
Trzebiński, J., und L. Ehrenberg, Bestimmung von Stärke in pflanzlichem Material 158
Tsuboi, K. K., und T. D. Price, Isolierung, Nachweis und Bestimmung markierter Gewebsnucleotide 236
Tuckerman, M. M., J. H. Hodecker, B. C. Southworth und K. D. Fleischer, Mikro- und Halbmikrobestimmung von Arsen in organischen Verbindungen 46
Tuffly, B. L., siehe Kourey, R. E.
Turgel, E. O., Bestimmung des Reinheitsgrades von Tannin 393
Turse, R., siehe Manalo, G. D.
Tuzson, J., Papierchromatographische Trennung einiger Corticosteroide 228

Uelner, A. F., siehe Stewart, F. N.
Ueno, K., und T. Tachikawa, Bestimmung von Arsen und Antimon 442
Umland, F., und K.-U. Meckenstock, Photometrische Bestimmung kleiner Mengen Calcium mit Glyoxal-bis-(2-hydroxy-anil) 96 [Or]
Unger, K.-D., K.-G. Schmitz, K. H. Gerdom und H. Schenck, Bestimmung von Sauerstoff im Stahl 63
Usatenko, Ju. I., und E. A. Klimkovič, Zersetzung von Chrommagnesiten 64

Vaikuntam, M. S., siehe Deshmukh, G. S.
Vajnštejn, Ä. E., siehe Korolev, V. V.
Valenta, V., Konduktometrische Bestimmung freier Säuren in Polyesterharzen 395
Vallee, B. L., siehe Baker, M. R., sowie Fuwa, K.
Valtr, Z., siehe Leopold, J.
Varde, M. S., siehe Athavale, V. T.
Varsel, Ch. J., F. A. Morrell, F. E. Resnik und W. A. Powell, Massenspektrometrische Analyse organischer Verbindungen 452
Vastagh, G., siehe Zöllner, E.
Vaughan, D. J., siehe Langford, W. J.
Vdovenko, M. E., und N. E. Spivakovskaja, Jodometrische Bestimmung von Chrom in Stahl 63
Večeřa, M., D. Šnobl und L. Synek, Organische Mikroelementaranalyse 377
Večeřa, M., und L. Synek, Mikrobestimmung von Stickstoff 448
Večeřa, M., F. Vojtěch und L. Synek, Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff nach automatischer Verbrennung 448. — Siehe auch Petránek, J.
Velder, Th. J., siehe Dyck, R.
Venable, S. H., siehe Lacoste, R. J.
Venkatesvarlu, Ch., siehe Nadkarni, M. N.
Verly, W. G., G. Hunebelle, und G. Thomas, Bestimmung von Tritium 359. — Siehe auch Ciccarone, P. A.
Verma, M. R., V. M. Bhuchar, K. C. Agrawal und R. K. Sharma, Colorimetrische Bestimmung von Chrom-(III) und Chrom(VI) 372
Verma, M. R., V. M. Bhuchar, S. K. Mathur und S. S. Sharma, Bestimmung von freier Schwefelsäure in Kupferplattierungsbädern 210
Vincent, D., G. Segonzac und M. C. Vincent, Bestimmung von Acetylcholin 397
Vincent, M. C., siehe Vincent, D.

Vinogradov, A. V., und V. S. Špinel, Bestimmung von Zirkonium neben Niob und Tantal 293
Vioque, A., siehe Vioque, E.
Vioque, E., A. Vioque und M. Pilar de la Maza, Bestimmung von Fettsäuren 385. — Siehe auch Gracián, J.
Vobora, P., siehe Kysil, B.
Vogel, J., siehe Monnier, D.
Voigt, K. D., siehe Schmid, O. J.
Voigt, R., Analyse der Mutterkornalkaloide vom Clavintyp 313
Vojtěch, F., siehe Večeřa, M.
Voorhies, J. D., und J. S. Parsons, Quantitative anodische chronopotentiometrische Bestimmung von 2-Mercapto-benzthiazol und von 2,4-Toluoldiamin 153
Voskresenskaja, N. K., Analyse von Systemen, die wasserfreie Salze enthalten 285
Vromen, A., siehe Israel, Y.
Vydra, F., R. Přibil, und J. Körbl, Anwendung von Fluoresceinkomplexon zur Bestimmung von Kupfer und Mangan 361. — Siehe auch Přibil, R.

Wachsmuth, H., R. Denissen und L. van Koeckhoven, Reaktionen von Aminen und Alkaloiden sowie Bestimmung von Yohimbin, Novocain und Papaverin mit o-Phthaldialdehyd als Reagens 77
Wacławik, J., Herstellung von Standardgasmischungen mit einem Bestandteil in niedriger Konzentration 129. — Konduktometrische Bestimmung von Kohlenmonoxyd in Gasen 50
Wacławik, J., und S. Waszak, Visuelle colorimetrische Bestimmung von kleinen Sauerstoffgehalten in Gasen 51
Wadman, S. K., Bestimmung der Harnsäure in Serum und Urin durch Uricase 236
Wagenaar, G. H., Mikrochemische Reaktionen von Barbitalen 73
Wahba, N., M. F. el Asmar und M. M. el Sadr, Jodometrische Bestimmung von Persulfaten 371
Walewski, L., Bestimmung von Kupferspuren in pflanzlichem Material 391
Walkenstein, S. S., C. N. Knebel, J. A. MacMullen und J. Seifter, Bestimmung von Meprobamat 238
Wallace, G. W., und M. G. Mellon, Spektralphotometrische Bestimmung von Vanadium 442
Walsh, J. T., siehe Sullivan, J. H.
Waravdekar, V. S., und L. D. Saslaw, Bestimmung von 2-Desoxyribose 238
Warren, L., Bestimmung von Sialinsäure mit Thiobarbitursäure 238
Warren, R. J., J. F. Hazel und W. M. McNabb, Spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen Vanadium in Erzen und Stählen 302
Waszak, S., Photometrische Bestimmung kleiner Sauerstoffgehalte in Wasserstoff oder wasserstoffhaltigen Gasen 50. — Bestimmung kleiner Chlorgehalte in Gasen 51. — Siehe auch Wacławik, J.
Watanabe, W., siehe Rosenthal, I.
Webb, M., siehe Sperry, W. M.
Webb, W. P., siehe Farley, L. L.
Webster, H. L., und J. Halliday, Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten in Fluß- und Abwasser 52
Wei-Kau King, siehe Ming-Lien Lu
Weinmann, S. H., und M. F. Jayle, Bestimmung der Lipidhydroxyde und verschiedener Steroide im Harn 224
Weissbach, A., und J. Hurwitz, Bestimmung von 2-Keto-3-desoxyzukkersäuren 238
Weissbecker, L., siehe Raftopoulo, R.
Weller, H., Bestimmung der veresterten Fettsäuren im Blutserum 318
Welsh, J. H., und M. Moorhead, Identifizierung von 5-Hydroxytryptamin in Mollusken 234
Wenger, P. E., siehe Monnier, D.
West, G. B., Papierchromatographische Bestimmung einiger Gewebsamine 223
West, H. E., siehe Norymberski, J. K.
Wheeler, J., siehe Chen, C.
Wheelock, T. D., siehe Bethea, R. M.
White, Ch. E., und F. Cuttitta, Fluorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Magnesium 364
White, D., siehe Hughes, M. A.
White, J. C., siehe Ross, W. J.
Wickbold, R., Brenner zur Bestimmung organischer Präparate 377
Wilham, C. A., siehe Schaefer, W. C.
Willard, H. H., und O. B. Winter, Fluoridbestimmung 294
Willemart, R., und J. Ferdet, Spektralphotometrische Bestimmung von Cholsäure in Desoxycholsäure 225
Williams, H. P., siehe Riley, J. P.
Willmer, Th. K., und W. Liedtke, Einsatz eines Quantometers im Stahlwerk 60

Wilson, A. D., siehe Jeffery, P. G.
Wilson, C. L., siehe Magee, R. J.
Wilson jr., Ch, O., und I. Shapiro, Identifizierung von Bruchstücken von Dialkylboranen im Massenspektrum 453
Wilson, J. B., Bestimmung von Safrol und Methylsalicylat in alkoholfreien Getränken 382
Winnacker, K., und L. Küchler, Chemische Technologie 48 [L]
Winter, O. B., siehe Willard, H. H.
Wollweber, G., und R. Fehle, Spektrometrische Untersuchungen in einem Edelstahlwerk 59
Woodford, F. P., siehe Böttcher, C. J. F.
Woolf, L. I., Unterscheidung von Flecken mit nahe beieinanderliegenden R_f-Werten 126
Wreath, A. R., siehe Bernhart, D. N.
Wurziger, J., und U. Chandra, Nachweis von Butylhydroxyanisol in Fetten 385
Wynn, J., I. Fabrikant und W. P. Deiss, Bestimmung von ^{131}Jod-aminosäuren im Plasma 216

Yamada, H., siehe Ishibashi, M.
Yamaguchi, S., Elektronenanalyse eines Fe-Ni-Films 39 [Or]
Yamamoto, S., siehe Tanaka, Y.
Yamamura, S. S., J. E. Rein und G. L. Booman, Amperometrische Bestimmung von Zinn mit Kupferron 440
Yamoto, Y., siehe Ishibashi, M.
Yanagihara, T., N. Matano und A. Kawase, Bestimmung von Bleispuren in hochreinen Metallen 201
Yarborough, V. A., siehe Kourey, R. E.
Yarden, A., siehe Eger, Ch.
Yen, I-I, siehe Ming-Lieu Lu
Yoe, J. H., siehe Miller, D. O.
Yoshida, M., siehe Hamaguchi, H.

Zajkovskij, F. V., Bestimmung von Thorium in Erzen und Mineralien 65
Zapp, E. É., siehe Pungor, E.
Zarembo, J. E., und I. Lysyj, Stationäre Phasen zur gaschromatographischen Bestimmung von Alkohol neben viel Wasser 136
Zarinskij, V. A., siehe Rjabčikov, D. I.
Žarovskij, F. G., und A. T. Pilipenko, Bestimmung von Vanadium in Titantetrachlorid 69
Zavarov, G. V., G. A. Žitarev und N. T. Karabanov, Bestimmung von Phosphat 46
Zemany, P. D., H. G. Pfeiffer und H. A. Liebhafsky, Genauigkeit bei der Röntgen-Emissions-Spektralanalyse 124
Ziegler, C. A., L. L. Bird und D. J. Chleck, Bestimmung von schweren Atomen in Medien kleinerer Ordnungszahl 124
Zimmermann, W., Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450. — Ketosteroidbestimmung 225
Zinneke, F., Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450
Zinoveva, I. P., Orientierende Bestimmung des Bilirubingehaltes im Blut 233
Žirov, E. P., siehe Senjavin, M. M.
Žitarev, G. A., siehe Zavarov, G. V.
Zöllner, E., und G. Vastagh, Bestimmung von Sulfonamiden 320
Zutshi, K., und J. N. Gaur, Volumetric Estimation of Thorium by Ferrocyanide 161 [Or]
Zvjagincev, O. E., und V. I. Šamaev, Bestimmung von As, Sb, Ga, Te, Cu, Cd in Selen hoher Reinheit 298
Zwikker, J. J. L., mikrochemische Reaktionen von Barbitalen 73
Zýka, J., siehe Doležal, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Absorptionspeak, zur Bestimmung der Gammastrahlenaktivität 126
Abwasser, Bestimmung kleiner Bariummengen in Industrieabwässern 52; von Alkylbenzolsulfonaten 52
Acacetin, Nachweis 464
Acenaphthen, Farbreaktion 146
Acetal, Bestimmung in Branntwein 283
Acetaldehyd, relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung in Branntwein 384
Acetaldehyd-diäthylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Acetaldehyd-dimethylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Acetamid, Bestimmung 143

Acetessigester, Verhalten bei der Aminostickstoffbestimmung 45
Aceton, relatives Retentionsvolumen 6; massenspektrometrische Analyse 452; Bestimmung von Wasser 280
Acetonitril, massenspektrometrische Analyse 452
Acetylaceton, zur Bestimmung von Eisen(III) 294; Lösungsmittel zur photometrischen Bestimmung von Kobalt als Rhodanatokomplex 375; Verhalten bei der Aminostickstoffbestimmung 45
5-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-2-sulfochlorid, Bestimmung in Zwischenprodukten 394
Acetylen, Nachweis in Luft oder Sauerstoff 125; Bestimmung in Luft 49; Nachweis in Äthylen 125
o-Acetylsalicylsäure, Identifizierung 458
cis-Aconitinanhydrid, zur Bestimmung von Lidocain 75
Acrylamid, Titration 200
Acrylate, Bestimmung von Phenol und Hydrochinonmethylester 394
Acrylnitril, zur Bestimmung von primären und sekundären Aminen 454; Analyse eines Mischpolymerisates 394
Adenosin-5-monophosphorsäure, Bestimmung in Gemischen 229
Adipinsäure, Identifizierung 458; Bestimmung der Polyester 454; Abtrennung 154
Adipinsäure-α-methyl-diäthylester, Bestimmung 141
Adrenalin, Nachweis 126; Bestimmung 78, 223, 397
Adrenalon, Bestimmung 223
Adsorptionsindicator, für argentometrische Titrationen 285
Äpfel, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Äpfelsäure, Identifizierung 458
Äthanol, Einfluß in der Flammenphotometrie 123; relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung in Branntwein 384; in pharmazeutischen Zubereitungen und in Nahrungsmitteln 71; Bestimmung von Wasser 277
Äther, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; Bestimmung von Wasser 278
Äthylacetat, relatives Retentionsvolumen 6
Äthylbenzimidat, Titration 200
Äthyldiborane, Massenspektren 453
Äthylen, Nachweis von Acetylen 125
N,N′-Äthylendiglycin, Bestimmung 461
Äthylendinitrilotetraessigsäure, Bestimmung von Verunreinigungen 461
Äthylenglykol, Bestimmung 459; Bestimmung der Polyester 454; von Mono-, Di- und Triäthylenglykol in Mischungen 142; von Chloriden 157
Äthylenglykol-bis-[β-aminoäthyläther]-N,N′-tetraessigsäure, zur volumetrischen Bestimmung von Nickel und Kobalt 447
Äthylenoxyd, Bestimmung von Chlorid 157; Kontrolle des Dichlordifluormethangehaltes 396
Äthylen-Propylen-Copolymerisate, Analyse 160
Äthylformiat, relatives Retentionsvolumen 6
Äthyljodid, Siedepunkt 422
Äthylnitrobenzimidat, Titration 200
Äthylnoradrenalin, Bestimmung 223
Affen, Analyse der Plamalogene aus Herzgewebe 237
Agar-Gel, zur Zonenelektrophorese 284
Alanin, Bestimmung 320
Albumin, Bestimmung 218; von Rinderserum-Albumin 285; des Verhältnisses zu Globulin 219; Einfluß auf die Bestimmung der Ketosteroide im Urin Schwangerer 225
Albumine, Bestimmung von Mercaptogruppen in Ovalbuminen mit Cyanoferrat(III) 217
Aldehyde, polarographische Bestimmung 457; massenspektrometrische Analyse 451; papierchromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 140; Trennung von Ketonen 457; Bestimmung von Wasser 279
Aldosen, Bestimmung mit Hypojodit 143
Aldosteron, Abtrennung 228
Alfalfa-Mehl, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Aliphaten, Bestimmung der Isocyanat- und Isothiocyanatgruppen 459
Alizarinrot S, zur Fluoridbestimmung 294; Farbreaktion mit Scandium 288
Alizarin-Thorium-Farblack, zur Bestimmung von Fluorid 443
Alkalien, Bestimmung in Tonmineralien 301
Alkalihydroxyde, Bestimmung von Wasser 68
Alkaloide, Reaktion mit o-Phthaldialdehyd 77; Verwendung von Kaliumfällungsmitteln als Alkaloidreagentien 309; Nachweis 308; als Tetraphenyloborate 398
Alkaloidtinkturen, Gehaltsbestimmung 310

Alkohol, Überlegenheit über die wäßrige Fixierung beim histochemischen Nachweis von Calcium 211
Alkohole, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; massenspektrometrische Analyse 451; Analyse geradkettiger Alkohole 453; primärer, sekundärer und tertiärer Alkohole 453; Bestimmung an verschiedenen stationären Phasen neben viel Wasser 136; Bestimmung von Wasser 277
Alkoholeffekt, Erklärung des Auftretens in der Flammenphotometrie 123
Alkoholfreie Getränke, Bestimmung von Safrol und Methysalicylat 382
Alkoxylgruppen, Bestimmung höherer Alkoxylgruppen 421
Alkylaromaten, massenspektrometrische Analyse 451
S,S-Alkylarylderivate, bei der Bestimmung von Alkylarylthioäthern 454
Alkylarylsulfonat, als Säulenmaterial in der Gaschromatographie 283
Alkylbenzolsulfonate, Bestimmung in Fluß- und Abwasser 52
Alkylhalogenide, Bestimmung von Wasser 278
Allicin, Bestimmung in Knoblauch 387
Alliin, Bestimmung in Knoblauch 387
Aluminium, Verhalten des Nitrids gegenüber Brom- und Jodmethan 61; Bestimmung 369; rasche Bestimmung 366; Bestimmung unter Verwendung von o-Phenanthrolin als Maskierungsmittel für zweiwertige Elemente 368; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 365, 439; Bestimmung als Chelat mit Superchrom-Garnet-Y 287; Trennung von Beryllium 363, 373; von Uran 368; Schnellbestimmung in Kupferlegierungen 53; Bestimmung in Titan und Titanlegierungen 55; in Zirkonium 56; in Molybdänpulver 59; in Mineralien 207; in Tonmineralien 301; in Cr-Erzen und Cr-Klinkern 209; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Phosphorsäurebestimmung 416; Bestimmung von Lithium neben Aluminium 360; von Magnesium in metallischem Aluminium 363; von Cadmium 55, 287
Aluminiumbäder, Bestimmung von Stickstoff und Wasserstoff 200
Aluminiumdrahtelektrode, zur Bestimmung von Fluorid 294
Aluminiumherstellung, Bestimmung von Fluorid in Elektrolyten 210
Aluminiumlegierungen, Analyse mit Superchrom-Garnet-Y 287; Bestimmung von Kupfer 296
Aluminiumnitrid, Bestimmung im Stahl 61
Aluminiumoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Aluminiumoxyd-Molybdänoxyd-Kobaltoxyd-Katalysatoren, Bestimmung von Arsen 392
Ameisensäure, Bestimmung in Ameisensäure-Oxalsäure-Essigsäuregemischen 34
Ameisensäure-Oxalsäure-Essigsäuregemische, Analyse 34
Amide, zum Nachweis von Carboxylsäuren 457; massenspektrometrische Analyse 451; Bestimmung der Amide von Dicarbonsäuren 143
Amine, zur Bestimmung von Barbitalen 73; Reaktion mit Acrylnitril 454; mit o-Phthaldialdehyd 77; Nachweis mit der Furfurol-Reaktion 455; Titration aliphatischer und aromatischer Amine 200; Unterscheidung sympathicomimetischer Amine 78; Bestimmung von sekundären Aminen in großen Mengen primärer Amine 139; Bestimmung in Aminoäthylvinyläther 136; Bestimmung im Gewebe 223
Aminoäthylvinyläther, Bestimmung 136
Aminoalkylalkoxysilane, Bestimmung 396
Aminobenzoesäuren, Extraktion aus biologischem Material 223; Bestimmung im Harn 233
1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure, zur Bestimmung von Chlordioxyd 295
o-Aminophenol, Bestimmung im Harn 233
p-Aminophenol, Bestimmung 151
Aminophenole, Extraktion aus biologischem Material 223
Aminosäuren, Bestimmung 320; infrarotspektroskopische Untersuchung 283; papierchromatographische Bestimmung 215; halbautomatische Bestimmung an Austauscherharzen 216; modifizierte elektrochromatographische Trennung 215; Bestimmung in den Extrakten von Blüten 392; Analyse in Wollkeratin 304; Bestimmung von ^{131}Jodaminosäuren im Plasma 216; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
p-Aminosalicylsäure, Bestimmung 151
Aminostickstoff, Aufklärung der Anomalie bei der Aminostickstoffbestimmung in Gegenwart von aktiven

Methylengruppen 45; anomale Reaktion von Glycin bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 45; von Phenolen 449; von Indol 45
Aminoverbindungen, Bestimmung der Reduktionswirkung 462
Ammoniaklösung, Absorption von Kohlensäure in alkoholischer Ammoniaklösung 166
Ammoniakstickstoff, Bestimmung der Isotopenhäufigkeit 429; Bestimmung in Mischdüngern durch Titration mit Natriumhypochloritlösung 115
Ammoniaksuperphosphat, Bestimmung von Ammoniakstickstoff 117
Ammonium, Einfluß auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173
Ammoniumcitrat, Analyse 74
Ammoniumionen, photometrische Bestimmung quaternärer Ammoniumionen 138
Ammoniumjodid, zur Reduktion von Arsen(V) 370
Ammoniumverbindungen, Untersuchung langkettiger quaternärer Ammoniumverbindungen 455
Amphetamin, Bestimmung 223
Amphetamine, Unterscheidung 78
Amyljodid, Siedepunkt 422
Analyse, Anwendungen der Spurenanalyse 122; Einfluß der Schichtlänge und der Strömungsgeschwindigkeit bei der Verbrennungsanalyse 175; Kontrolle des qualitativen Trennungsganges mit Hilfe von Radionukliden 336; Behandlung radioaktiver Stoffe 284; Verwendung des Silberreduktors 131; Anwendung von Kaliummanganat 34; Verwendung der Statistik 122; Fehlerberechnung indirekter Analysen 8
Anauxit, Analyse 301
Andaxin, Bestimmung 72
Anilide, Titration substituierter Anilide 200
Aniline, Titration substituierter Aniline 200
Anilinphthalat, Sprühmittel zur Bestimmung von Zuckern auf Papierchromatogrammen 461
Anorganische Verbindungen, Bestimmung komplexgebundener Solvensmolekeln 81
Anthocyane, Trennung aus den Extrakten von Blüten 392
Anthracen, Farbreaktion 146; Analyse 382
Anthracenblau WR, Farbreaktion mit Scandium 288
Anthracengruppen, Bestimmung in Rhabarberwurzel 74
Anthracenverbindungen, Nachweis 463
Anthrachinon, Bestimmung in Frangularinde 79
Anthrachinonsulfonsäure, Bestimmung 152
Anthronreaktion, Einfluß von Aminosäuren auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Antibioticum, Psicofuranin Bestimmung 399
Antimon, Verwendung als Elektrodenmaterial bei der Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Extraktion 127; Bestimmung an bimetallischen Elektroden 442; Bestimmung mit Trihydroxyfluoronderivaten 370; Bestimmung in Zink oder Zinkoxyd 202; in Selen hoher Reinheit 298; in Molybdänmetall und Molybdaten 59; in Flugstaub, Erzen und Konzentraten 132; in pharmazeutischen Präparaten 71; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105, 107; Mitfällung von Thallium 341
Antimon(V), Reduktion im Silberreduktor 132
Antipyrin, Bestimmung 307; neben Phenacetin 311
Antiseptica, Bestimmung von Kupferoxinat 305
Antistin M, Bestimmung 306
Apigenin, Nachweis 464
Aqua Amygdalarum amararum, Bestimmung von Halogen 310
Aquavit, Untersuchung auf Methanol, Äthanol, Acetal, Essigsäureäthylester und Acetaldehyd 384
Arabinose, Bestimmung 407; Abtrennung 462
D-Arabinose, Bestimmung 461
Arbutin, Bestimmung in Drogen und ihren Zubereitungen 76; in Folia Uvae Ursi 76
Argentometrie, neuer Absorptionsindicator 285
Arginin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Aromadendrin, Nachweis 464
Aromaten, Massenspektrometrische Empfindlichkeit bei Beschießung mit Niederspannungselektronen 462; Bestimmung der Isocyanat- und Isothiocyanatgruppen 459

Aromatische Ester, Analyse 452
Aromatische Säuren, Analyse 452
Aromatische Verbindungen, Nachweis phenolischer Gruppen 463
Arsanilsäure, Abtrennung 456
Arsen, Extraktion 127; Bestimmung an bimetallischen Elektroden 442; Bestimmung in Selen hoher Reinheit 298; in Petroleum-Crack-Katalysatoren und Teeren 392; Mikro- und Halbmikrobestimmung in organischen Verbindungen 46; Schnellbestimmung in organischen Substanzen 378; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 71; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Phosphorsäurebestimmung 416; Mitfällung von Thallium 341
Arsen(V), Reduktion im Silberreduktor 132; Reduktion und Bestimmung als As_2S_3 370
Arsenat, zur Fällung von Uran 290
Arsenazo(III), zur Bestimmung von Thorium in Zirkon 209
Arsen-Kobalterze, Bestimmung von Nickel 66
Arsenophenamin, Abtrennung 456
1-(o-Arsenophenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfonsaures Natrium, Bestimmung von Arsen 378
Arsenorganische Verbindungen, Trennung 456
Arsenosobenzol, Abtrennung 456
Arterien, Analyse der Fettstoffe aus Arterien 319
Arylalkylthioäther, Bestimmung 454
Arylsulfonsäuren, Nachweis auf Chromatogrammen 148
Arzneimittel, Untersuchung N-haltiger Arzneimittel 80; Bestimmung von Antistin 306
L-Ascorbinsäure, Bestimmung in biologischem Material 230
Asparaginsäure, Bestimmung 320
Atmosphäre, Bestimmung von freiem Chlor 49
Atome, Bestimmung von schweren Atomen in Medien kleinerer Ordnungszahl 124
Atropin, Nachweis 398
Atropinsulfat-Injektion, Kontrolle durch UV-Spektrophotometrie 311
Attapulgit, Analyse 301
Auramin, Indicator bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure 199
6-Azauracil, Polarographische Bestimmung 308
Badetorf, Bestimmung von Huminsäuren 347
Bärentraubenblätter, Bestimmung von Arbutin 76
Bakelit, Nachweis 463
Barbaloin, Isolierung aus Cortex Rhamni Purshiani 74
Barbitale, mikrochemische Reaktionen mit Kupferacetat und Aminen 73
Barium, Bestimmung in Wasser 295; kleiner Mengen in Industrieabwässern 52; Bestimmung in Molybdänpulver 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105, 108
Basen, Bestimmung stickstoffhaltiger Basen 307; Titration organischer Basen in Nitromethan 199; Eignung von Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren bei der Titration von Basen 199
Baumwollöl, Bestimmung von Lysin-ε-Aminogruppen 386
Beeren, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Beizbäder, Bestimmung von Fluor 61
Belichtung, Einfluß auf die Hochfrequenztitration 198
1,2-Benzanthracen, Farbreaktion 146
2,3-Benzfluoren, Farbreaktion 146
Benzin, Bestimmung von Wasser 276; von Blei und Mangan 156
Benzoesäure, Identifizierung 458; Bestimmung von Nitrobenzoesäure 456
Benzoesäure-n-decylester, Bestimmung 428
Benzoesäure-n-dodecylester, Bestimmung 428
Benzoesäure-n-octylester, Bestimmung 427
Benzol, Verwendung als Bezugssubstanz zur Bestimmung der Retentionsvolumina organischer Stoffe 6; Bestimmung der Reduktionswirkung von Hydroxy- und Aminoderivaten 462; massenspektrometrische Analyse 452; Bestimmung von Wasser 276; von Nitrobenzol 456
Benzole, Massenspektrometrie alkylierter Benzole 159
Benzoylphenylhydroxylamin, zur Bestimmung von Thorium und Cer 367; zur Bestimmung und Abtrennung von Kobalt, Kupfer und Nickel 376
3,4-Benzpyren, Farbreaktion 146
Benzylboronsäure, Farbreaktion 345
N-Benzyl-N-phenylamino-methylimidazol-methylsulfonat, Bestimmung 306

Berberin, Bestimmung 309
Berberinpräparate, Untersuchung 398
Bergenienblätter, Bestimmung von Arbutin 76
Bernsteinsäure, Identifizierung 458; Abtrennung 154
Bernsteinsäurediamid, Bestimmung 143
Bernsteinsäuremonoamid, Bestimmung 143
Beryllium, Bestimmung mit Chromotrope 2C 170; Abtrennung von Spuren aus Gemischen 363; Trennung von Aluminium 373; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105, 108; auf die Zirkoniumbestimmung 173; Bestimmung von Sauerstoff 55; von Kobalt neben Beryllium 375
Bezugsmaterialien, Entwicklung von Bezugsmaterialien mit bescheinigter Zusammensetzung 129
Bilirubin, Bestimmung im Blut 233
Bioelektronimeter, zur Identifizierung und Bestimmung der Reinheit von Salzen 71
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Blei 212; Nachweis von Alkaloiden 308
Biologisches Material, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; Bestimmung von Kupfer 67; von Thallium 211; Mikrobestimmung von Phosphorsäure im Kjeldahlaufschluß 412; Bestimmung von Selen 316; von Chlor, Brom und Jod 213; von L-Ascorbinsäure 230; Extraktionsmöglichkeiten von Aminophenolen und Aminobenzoesäuren 223; Bestimmung von Meperidin und Nor-Meperidin 234
Birnen, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Birnenblätter, Bestimmung von Arbutin 76
O,O-Bis-diphenylboryl-disalicylidenäthylendiamin, Farbreaktion 345
Bissalicylidenäthylendiamin, zur fluorimetrischen Bestimmung von Magnesium 364
Bissalicylidenäthylendiaminkomplex mit Magnesium, zur spektralphotometrischen Magnesiumbestimmung 364
Bitartratmethode, zur Bestimmung von Kalium in Seebittersalzen 355
Bittersalze, Bestimmung von Kalium in Seebitterslazen 355
Bixin, als Adsorptionsindicator für argentometrische Titrationen 285
Blätter, Einfluß der Belichtung auf das Polarogramm von Blättern der Sojabohnen 198
Blattgewebe, Bestimmung der Bestandteile der Carotinoidextrakte 158
Blei, Reaktion mit Isatinoxim 285; Bestimmung 197, 293; polarographische Bestimmung 198; Bestimmung unter Verwendung von Phenanthrolin als Maskierungsmittel für zweiwertige Elemente 368; Bestimmung neben Wismut und Zink 369; Bestimmung in hochreinen Metallen 201; in Molybdänpulver 59; in Nickel hoher Reinheit 206; in Erzen und Flotationsrückständen 301; in Mineralrohstoffen 302; neben Uran in Mineralien 291; in Benzin 156; in Blut und anderen biologischen Flüssigkeiten 212; Mitfällung von Thallium 340, 341; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105, 107
Bleiaufbereitung, Bestimmung von CaO und SiO_2 in Schlacken 69
Bleichromat, Einfluß auf die Eigenschaften von Kupferoxyd in der Elementaranalyse 23
Bleilegierungen, Bestimmung von Zinn 201
Blüten, Trennung der Anthocyane aus den Extrakten 392
Blut, Bestimmung von Natrium und Kalium 315; von Kupfer 67; von Blei 212; Mikrobestimmung von Ketokörpern 317; Bestimmung von Oxalessigsäure 221; von Inulin 221; von Sulfonamiden 320; von Cholesterin als Digitoninverbindung 224; von Kohlenoxydhämoglobin 232; von Bilirubin 233; Nachweis von Alkaloiden 308
Blutkörperchen, Bestimmung von Chromspuren in roten Blutkörperchen 316
Blutplasma, Bestimmung der Gesamtphosphorsäure 418
Blutserum, Bestimmung von Natrium 314; der veresterten Fettsäuren 318; Auswertung der Proteinogramme 400; Bestimmung von Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase 240
Boden, Bestimmung von Kupfer 67
Bodenauszüge, Bestimmung von Kupfer 67; von Sulfat 68; von Eisen mit Catechin 211
Boldin, Nachweis 398
Bor, colorimetrische Bestimmung 439; Bestimmung in Zirkonium 56; in

Stahl 204; in Silicaten 65; Nachweis in organischer Bindung 343; Bestimmung in Borsäureestern 44
Borsäure, infrarotspektroskopische Untersuchung 283
Borsäureester, Bestimmung von Bor 44
Botanik, Papierchromatographie in der Botanik (LINSKENS) 121 [L]
Branntwein, Bestimmung von Äthanol, Methanol, Acetal, Essigsäureäthylester und Acetaldehyd 384; Bestimmung der Fuselöle 384
Brenner, verbesserter Brenner für die Verbrennung organischer Präparate bei der Analyse 377
Brennstoffdämpfe, Bestimmung in der Luft 49
Brenzcatechin, Nachweis 126
Brenztraubensäure, Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 417
Brillantgrün, Indicator bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure 199
Brom, Bestimmung in organischen Verbindungen 378; in biologischem Material 213
Bromat, Reduktion im Silberreduktor 132
Brombenzoesäure, Identifizierung 458
p-Bromdiphenyl, Analyse 381
Brommethan, Verhalten der Nitride verschiedener Metalle gegen Brommethan 61
2-Bromnaphthalin, Analyse 381
Brucin, Nachweis 398
Bufotenin, Bestimmung 223
Butadien, Analyse eines Mischpolymerisates 394
n-Buten, massenspektrometrische Analyse 452
Butanole, relative Retensionsvolumina 6
Butanon-2, relatives Retentionsvolumen 6; massenspektrometrische Analyse 452
l-Buten, massenspektrometrische Analyse 452
Butter, Bestimmung von Pesticid-Resten 389
n-Buttersäure, Identifizierung 458
n-Butylalkohol, Bestimmung 384
Butylhydroxyanisol, Bestimmung in Fetten 385
3,5-di-tert.-Butyl-4-hydroxy-benzylalkohol, zur Bestimmung von 3-Ketosteroiden 225
Butyljodid, Siedepunkt 422
2,6-di-tert.-Butyl-p-kresol, zur Bestimmung von Ketosteroiden 225
n-Butyraldehyd-dimethylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Butyraldehyde, relative Retentionsvolumina 6

Cadmium, Reaktion mit Isatinoxim 285; Bestimmung 197; polarographische Bestimmung 198; Bestimmung als Jodokomplex mit Rhodamin B 287; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung neben Blei 369; Bestimmung in Silberloten 54; von Spuren in Aluminium 55; in Zirkonium 56, 298; in Selen hoher Reinheit 298; Mitfällung von Thallium 341; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von Sauerstoff 58
Cadmiumsulfid, Herabsetzung der Lumineszenzausbeute durch Spurenelemente 130
Caesium, Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Caesium-137, Bestimmung der Gammaaktivität 127
Calcein, zur Bestimmung von Kupfer und Mangan 361
Calciferol, Nachweis 229
Calcium, Bestimmung mit ÄDTA 438; mit Glyoxal-bis-(2-hydroxy-anil) 96; Bestimmung in Wasser 295; in Molybdänpulver 59; in Tonmineralien 301; in eiweißreichen Flüssigkeiten 399; in Serum, Cerebrospinalflüssigkeit und Urin 316; Überlegenheit der Alkoholfixierung über die wäßrige Fixierung beim histochemischen Nachweis 211; Einfluß auf die flammenphotometrische Rubidiumbestimmung 437; auf die Kupferbestimmung 193; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Phosphorsäurebestimmung 416; Bestimmung von Thorium neben Calcium in Erzen und Mineralien 65
Calciumcitrat, Analyse 74
Calciumgluconat, Analyse 74
Calciumoxyd, Bestimmung in Mineralien 208; in Schlacken 69
Calcon, Indicator bei der Calcium- und Magnesiumbestimmung 439
Cal-Rot, Indicator bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 439
Caprinsäure, Identifizierung 458; Abtrennung 458
Caprolactam, Fällungsprodukte mit Kaliumquecksilberjodid 380
n-Capronsäure, Identifizierung 458
Caprylsäure, Identifizierung 458

Captan, Bestimmung 396
Carbaminsäureäthylester, Bestimmung 72
Carbaminsäure-n-butylester, Bestimmung 72
Carbaminsäureester, Bestimmung 72
Carbide, Bestimmung von Vanadium 241
Carbonatit, Bestimmung von Kupfer 389
Carbonatmineralien, Bestimmung von Wasser und Kohlendioxyd 300; von Eisen(II) 300
Carbonyl, Bestimmung nach der oxydimetrischen Hydroxylaminmethode 140
Carbonylgruppe, massenspektrometrische Analyse 452
Carbonylverbindungen, Bestimmung der Dinitrophenylhydrazone 140
2-Carboxyisonitrosoacetanilid, Reaktion mit Metallionen 447
Carboxylsäuren, Nachweis auf mikroskopischem Wege 457
Carmin, Untersuchung 411
Carotinoidextrakte, Bestimmung der Bestandteile 158
Catechin, zur Bestimmung von Eisen in Bodenextrakten 211
Celluloseacetat, Abtrennung 160
Cer, Reaktion mit Isatinoxim 285; Bestimmung mit N-Benzoylphenylhydroxylamin 367; photometrische Bestimmung mit 3,3′-Dimethylbenzidin 289; Abtrennung von Uran 368; Bestimmung neben Eisen 373
Cerebroside, Isolierung aus Rattengehirnen 237
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Magnesium und Calcium 316
Cer(III)-oxalat, Bestimmung 366
Cer(IV)-sulfat, Reduktion im Silberreduktor 132; Titration mit Natriumoxalat 333
Cetylalkohol, Nachweis 229
Chalkopyrit, Bestimmung in Sulfiderzen 209
Chemische Technologie (Winnacker u. Küchler) 48 [L]
Chenodesoxycholsäure, Bestimmung 227; im Menschenplasma 226
Chinalaylglykokoll, Nachweis im Urin 235
Chinizarin, Farbreaktion mit Scandium 288
Chinolinderivate, Nachweis im Urin von Kaninchen und Schweinen 235
Chinoline, gaschromatographische Bestimmung 284
Chinolinisomere, gaschromatographische Bestimmung 284
Chinolinjodäthylat, Bestimmung 285
Chinone, Nachweis von Chinonen mit äußerem Chinonringsystem 152
Chitin, Bestimmung 222
Chlor, Bestimmung in der Atmosphäre 49; kleiner Mengen in Gasen 51; in organischen Verbindungen 378; in hochchlorierten organischen Verbindungen 451; in biologischem Material 213
o-Chloranilin, Titration mit Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren 199
p-Chlorbenzoesäure, Identifizierung 458
Chlordioxyd, Bestimmung in Wasser 295
Chloressigsäure, Identifizierung 458
Chlorid, Bestimmung mit Silberpermanganat als Maßlösung 444; Bestimmung in Äthylenoxyd 157; in Äthylenglykol 157
Chlorit, Analyse 301
Chloroaurat, Mitfällung von Thallium 341
Chloroform, relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung von Wasser 278
Chloropalladinat, Mitfällung von Thallium 341
Chloroplatinat, Mitfällung von Thallium 341
2-(5-Chloro-3-sulfo-2-hydroxybenzolazo) 5-sulfo-1-naphthol, zur Bestimmung von Zirkonium und Uran 367
Chlorphenacylester, zur Trennung von Fettsäuren 458
n-Chlorphenyl-isopropyl-biguanidin, Bestimmung 73
Chlorvakuumverfahren, zur Freilegung von Oxydeinschlüssen im Stahl 62
Cholesterin, Nachweis 229; Bestimmung im Blut als Digitoninverbindung 224; Bestimmung im Serum 224
Cholinesterase, Bestimmung 239
Cholsäure, Abtrennung 226; spektralphotometrische Bestimmung in Desoxycholsäure 225; Bestimmung im Menschenplasma 226
Chrom, Verhalten des Nitrids gegenüber Jod- und Brommethan 61; Bestimmung durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; Bestimmung mit 8-Hydroxychinolin und 8-Hydroxychinaldin 87; Bestimmung von Chrom(III) neben Chrom(VI) 372; Bestimmung in Zirkonium 56; in Zircaloy-2 57; in Molybdänpulver 59; im Stahl 63; in 18/8-Stählen 63; im Humanplasma und roten Blutkörperchen 316; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193;

auf die Calciumbestimmung 105; Analyse auf Gase 53; Bestimmung von Cadmium 287; von Sauerstoff 58
Chrom(VI), Extraktion 127; Vanadiumbestimmung in Gegenwart von Chrom(VI) 247
Chrom-Aluminium-Molybdänoxyd-Katalysatoren, Bestimmung von Arsen 393
Chromatographie, Einfluß des Konzentrationsverhältnisses auf die Form der Chromatogramme in der Fällungschromatographie 197
Chromblauschwarz K (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Chromchlorid, flammenphotometrische Untersuchung 123
Chromdunkelgrün S (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Chromerze, Bestimmung von Al und Fe 209
Chromklinker, Bestimmung von Al und Fe 209
Chromlegierungen, Analyse auf Gase 53
Chrommagnesite, Zersetzung 64
Chrom-Nickelstähle, Bestimmung von Zirkonium 404
Chromoliv G (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Chromotrope 2C, zur Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 170
Chromoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 58
Chromschwarz S (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Chrysen, Farbreaktion 146
Chymotrypsin, Nachweis 239
Citraconsäureimid, Retentionsvolumen 382
Citrat, Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Citroflex, stationäre Phase bei der Trennung von Aldehyden und Alkoholen 6
Citronellol, gaschromatographische Bestimmung 283
Citronensäure, Bestimmung 143; Analyse von Salzen 74; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193
Citrusfrüchte, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Clavintyp, Analytik der Mutterkornalkaloide vom Clavintyp 313
Cocain, Nachweis 398
Codein, Nachweis 398
Codethylin, Nachweis 398
Coffein, Bestimmung 80, 307, 310; Abtrennung 310; Bestimmung neben Phenacetin 311
Cognac, Untersuchung auf Methanol, Äthanol, Acetal, Essigsäureäthylester und Acetaldehyd 384
Colophonium, Analyse auf Harzsäuren 304
Colorimetrie, kinetische Colorimetrie zur Untersuchung von Luft auf Ozon und organische Oxydationsmittel 49
Corbasil, Bestimmung 223
Cortex Rhamni Purshiani, Isolierung von Barbaloin 74
Corticoide, Methoden zur Bestimmung im Harn 228
Corticosteroide, Papierchromatographische Trennung 228
Corticosteron, Bestimmung 224; Abtrennung 228
Cortison, Abtrennung 228; Bestimmung im Gemisch mit Prednison 306
Cotarninchlorid, Fluorescenz 398
Crackkatalysatoren, Bestimmung von Arsen 392
Cyanessigsäurehydrazid, Bestimmung 153
Cyanid, Bestimmung 440; mit Quecksilber(II)-nitratlösung 440; Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) neben Cyanid 446
Cyanoferrat(II), zur Bestimmung von Thorium 161; Bestimmung mit Cer(IV) 131
Cyanoferrat(III), zur Bestimmung von Mercaptogruppen im Ovalbumin 217
Cyanpyridine, Schmelzpunkte und Reinigungsmethoden 322
Cyclohexan, relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung von Nitrocyclohexan 456
Cyclohexanon, Bestimmung von Nitrocyclohexan 456
Cyclohexantetraessigsäure, zur Bestimmung von Chrom(III) neben Chrom(VI) 372
Cyclohexylderivate, gaschromatographische Bestimmung substituierter Cyclohexylderivate 284
Cystein, Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Cystin, Bestimmung 320

Dacron, Nachweis 463
Datura-Drogen, Trennung von Hyoscyamin und Scopolamin 312
n-Decylacetat, Bestimmung 428
Decyljodid, Siedepunkt 422
11-Dehydrocorticosteron, Abtrennung 228
11-Dehydro-17-hydroxycorticosteron, Bestimmung 224

Deshydrocholsäure, Abtrennung 226
Desoxycholsäure, Bestimmung 227; Abtrennung 226; spektralphotometrische Bestimmung von Cholsäure 225
11-Desoxycorticosteron, Bestimmung 224; Abtrennung 228
11-Desoxy-17-hydroxy-corticosteron, Bestimmung 224
Desoxyribose, Nachweis und Bestimmung 237
Desoxyribose-Nucleinsäuren, Bestimmung von Phosphat 442
Desoxyzucker, Nachweis und Erkennung 380
Destillationsapparatur, automatisch und kontinuierlich arbeitende Destillationsapparatur im Laboratorium 133
Diacetyl, Bestimmung als Nickelkomplex 380
Diäthyläther, relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung von Wasser 278
Diäthyldithiocarbaminat, bei der Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 141
Diäthylenglykol, Bestimmung in Mischungen 142
Dialkylborane, Identifizierung von Bruchstücken im Massenspektrum 453
S,S-Dialkylderivate, bei der Bestimmung von Dialkylthioäthern 454
Dialkylthioäther, Bestimmung 454
3,3′-Diamino-benzidin, zur Mikrobestimmung von Selen 316; zur Bestimmung von Selen in Erzen 303
Diantipyrylmethan, bei der Bestimmung von Co, Cu, Pb und Zn in Nikkel hoher Reinheit 206
Dibutylphosphat, Bestimmung 379
Dicarbonsäurederivate, Bestimmung 142
Dicarbonsäuren, Bestimmung 142
1,2-Dichloräthan, relatives Retentionsvolumen 6
2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin, zum Nachweis von Phenoldämpfen und aromatischen Sauerstoffverbindungen 463
Dichlordifluormethan, laufende Kontrolle des Gehaltes bei Ausräucherung oder Sterilisierung 396
Dichromat, Reduktion im Silberreduktor 132; Titration mit Eisen(II) 131
2,6-Dicyanpyridin, Schmelzpunkt und Reinigung 322
Digininderivate, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Digitalinum verum, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Digitalis purpurea, Bestimmung der primären und sekundären Heteroside 73
Digitoninverbindung, zur Bestimmung des Cholesterins im Blut 224
Digitoxin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Dihydrocholansäuren, Bestimmung 227
Dihydroflavone, Nachweis 464
Dihydroflavonole, Nachweis 464
Dihydroquercetin, Nachweis 464
o,o′-Dihydroxyazonaphthalin-p-sulfonsäure, als Indicator bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 439
3α,12α-Dihydroxy-7-ketocholansäure, Abtrennung 226
1,8-Dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure-2,7-bis-[azo-1]benzol-2-arsonsäure, zur Bestimmung von Thorium in Zirkon 209
3,4-Dihydroxyphenylalanin, Bestimmung 223
3,4-Dihydroxyphenylserin, Bestimmung 223
Diisopropyläther, relatives Retentionsvolumen 6
3,5-Dijodthyronin, Bestimmung 216
Dijodtyrosin, Bestimmung 216; Abtrennung 227
3,12-Diketocholansäure, Abtrennung 226
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur Bestimmung von Silber 362
Dimethylaminophenazon, Bestimmung 80
3,3′-Dimethylbenzidin, zur Bestimmung von Cer 289
Dimethyldiborane, Massenspektren 453
N,N-Dimethyl-5-hydroxytryptamin, Bestimmung 223
Dimethylnaphthaline, Farbreaktionen 146
3,3′-Dimethyl-2″-sulfo-4-hydroxyfuchson-5,5′-dicarbonsäure, Eigenschaften 131
3,5-Dinitrobenzoesäure, Identifizierung 458
Dinitrophenylaminoalkohole, papierchromatographische Trennung 142
Dinitrophenylhydrazone, Anwendung zur Trennung von Aldehyden und Ketonen 457; Bestimmung der Dinitrophenylhydrazone von Carbonylverbindungen 140; papierchromatographische Trennung der Dinitrophenylhydrazone der aliphatischen Aldehyde 140
Dinitroverbindungen, Identifizierung durch Schmelzen mit Thymol 456
m-Dinitroverbindungen, Bestimmung 463

3,5-Dioxo-2,3,4,5-tetrahydro-1,2,4-triazin, Bestimmung 308
Diphenole, anomale Reaktion bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 449
Diphenyl, Analyse 381
Diphenylamin, Titration 200
Diphenylborinsäureanhydrid, Farbreaktion 345
O-Diphenylborylaminoäthanol, Farbreaktion 345
O-Diphenylboryl-dibenzoylmethan, Farbreaktion 345
O-Diphenylboryl-β-hydroxyäthyl-piperidin, Farbreaktion 345
o-Diphenylboryl-pyridin-2-carbinol, Farbreaktion 345
Diphenylguanidin, Titration 200
Disulfide, Bestimmung in intakten Proteinen 220
1,2-Dithiacyclepent-4-en-thione, polarographische Untersuchung 152
p-Ditolylborinsäureanhydrid, Farbreaktion 345
DNP-Aminoalkohole, papierchromatographische Trennung 142
Dolomit, komplexometrische Untersuchung 439
Dopamin, Bestimmung 223
Doppelbindungen, Bestimmung nicht konjugierter trans-Doppelbindungen in natürlichen Säuren und Estern 459
Drogen, Bestimmung von Arbutin 76; von Hyoscyamin und Scopolamin 312
Druckfarben, Bestimmung von Wasser 68
Dünger, Bestimmung von Ammoniakstickstoff in Mischdüngern 115
Duodenum-Inhalt, Bestimmung von Gallensäuren 226

Echtgrün, Untersuchung 411
Edelstahl, spektrometrische Untersuchungen 60; Bestimmung von Titan 204; Analyse auf Kobalt 375
Edelstahlwerk, Verwendung spektrometrischer Analysen 59
Eier, Extraktion zur Analyse der Fette 384
Eipulver, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Eisen, Verhalten des Nitrids gegen Brom- und Jodmethan 61; Bestimmung durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; Bestimmung neben Cer 373; Trennung von Kobalt 373; Bestimmung gleichzeitig mit Nickel 374; Bestimmung in Messing 132; in Zirkonium 56; in Zircaloy-2 57; in Molybdänpulver 59; in Ferrovanadin 132; in Kalksteinen, Silicaten und feuerfesten Steinen 389; in Tonmineralien 301; in Cr-Erzen und Cr-Klinkern 209; Nachweis in Kobaltchlorid 70; Bestimmung in Bodenextrakten mit Catechin 211; in Hämoglobin 214; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; Eliminierung der Störung durch Eisen bei der Kupferoxinatbestimmung 305; Einfluß auf die Silberbestimmung 361; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Phosphorsäurebestimmung 416, 417; Bestimmung von Titan neben großen Eisenmengen 369; von Vanadium neben Eisen 247, 371
Eisen(II), Titration mit Cer(IV) und N-Phenylanthranilsäure als Indicator 131; Titration mit Dichromat 131; Bestimmung bei der Mikroanalyse von Silicat- und Carbonatmineralien 300; Bestimmung von Eisen(III) neben Eisen(II) 373
Eisen(III), Extraktion 127; spektrophotometrische Bestimmung mit Acetylaceton 294; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung neben Eisen(II) 373; Bestimmung von Thallium(III) neben Eisen(III) 292; von Kobalt neben Eisen(III) 375; von Nickel neben Eisen(III) 95
Eisenammoniumcitrat, Analyse 74
Eisenchlorid, Anwendung zur Bestimmung von Gluconolacton und Galaktonolacton 381; flammenphotometrische Untersuchung 123
Eisencitrat, Analyse 74
Eisenerze, Aufschluß schwerlöslicher Eisenerze 390
Eisengluconat, Analyse 74
Eisenlegierungen, Bestimmung von Vanadium 371
Eisen-Nickelfilm, Elektronenanalyse 39
Eisen(III)-rhodanid, Untersuchung der Extraktion 83
Eisenwerkstoffe, Minderbefunde bei der Bestimmung von Schwefel 205
Eiweiß, Bestimmung in Serum 219
Eiweißreiche Flüssigkeiten, Bestimmung von Kalium, Natrium und Calcium 399
Elektroden, Bimetallelektroden zur Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Aluminiumdrahtelektrode zur Bestimmung von Fluorid 294
Elektrolyte, Bestimmung von Fluorid in Elektrolyten der Aluminiumherstellung 210

Elektrolytwasserstoff, Nachweis von Verunreinigungen 125
Elektrophorese, Anwendung von Agar-Gel in der Zonenelektrophorese 284
Elementaranalyse, organische Mikroelementaranalyse 377; verbesserter Brenner zur Verbrennung von Proben 377; Verbrennung in der Sauerstoffflasche 43; Oxydationsvorgänge 17, 175; Bestimmung von Bor in Borsäureestern 44; schnelle automatische Verbrennung und Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 448; Bestimmung von Kohlenstoff-14 44; von Kohlenstoff-14 und Tritium 377; von Stickstoff 448; von Stickstoff in Petroleumfraktionen 156; Aminostickstoffbestimmung 45; Anomale Reaktion von Verbindungen mit aktiven Methylengruppen bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 45; anomale Reaktion von Glycin bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 45; von Phenolen 449; von Indol 45; Bestimmung von Phosphat im Anschluß an die Verbrennung nach SCHÖNIGER, 46; Bestimmung von Arsen 378; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Arsen 46; Mikrobestimmung von Schwefel 450; Komplexometrische Endbestimmung von Schwefel in organischen Substanzen im Anschluß an verschiedene Aufschlußverfahren 47; Mikrobestimmung von Schwefel in organischen und anorganischen Sulfaten 47; Bestimmung von Halogen 47, 451; Mikrobestimmung von Fluor 48; Bestimmung von Fluor und Phosphor 378; von Chlor in hochchlorierten organischen Verbindungen 451; Bestimmung von Brom, Chlor und Schwefel neben Fluor und Phosphor 378
Eosin, Untersuchung 411
Ephedrin, Bestimmung 223; Unterscheidung von anderen Sympathicomimetica 78
Epinin, Bestimmung 223
Erbium, Bestimmung von wenig Ytterbium neben viel Erbium 289
Erdgas, Bestimmung von Gasolin 155
Erdnußöl, Analyse der Fettsäuren 385
Ergosterin, Nachweis 229
Eriochromcyanin R, Eigenschaften 131
Erythrocyten, Bestimmung von Chromspuren 316
D-Erythrose, Bestimmung 461
Erythrosin, Untersuchung 411
Erze, Aufschluß schwerlöslicher Eisenerze 390; Analyse mit photoelektrischem Steelometer 301; Untersuchung der Röntgenfluorescenz 283; Bestimmung von Al und Fe in Cr-Erzen 209; Bestimmung von Indium und Germanium 207; von Thorium 65; von Antimon 132; von Vanadium 302, 371; von Selen 303; von Platin und Palladium 390
Eserin, Nachweis 398
Essigsäureäthylester, Bestimmung in Branntwein 382; Bestimmung von Wasser 279
Essigsäure-Ameisensäure-Oxalsäuregemische, Analyse 34
Ester, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; massenspektrometrische Analyse 451; Bestimmung der nicht konjungierten trans-Doppelbindungen 359; Bestimmung von Estern von Dicarbonsäuren 143; Analyse von aromatischen Estern 452; Bestimmung von Wasser 279
Explosivstoffe, Tüpfelteste 305; Identifizierung durch Schmelzen mit Thymol 456
Extractum Chinae fluidum, Gehaltsbestimmung 310
Extractum Opii siccum, Gehaltsbestimmung 310
Extractum Strychni spissum, Gehaltsbestimmung 310
Extractum Uvae Ursi, Bestimmung von Arbutin 76
Extraktionsgleichgewichte, quantitative Prüfung 128

Fällungschromatographie, Einfluß des Konzentrationsverhältnisses auf die Form der Chromatogramme 197
Farbstoffe, papierchromatographische Analyse 408; Nachweis von Farbstoffen mit Phenolgruppen 463; Bestimmung von Wasser in fluorescierenden Farben 68
Fasermaterial, Bestimmung des pH-Wertes 159
Faulbaumrinde, Bestimmung der Wirkstoffe 79
Federn, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Fehlerberechnung, von indirekten Analysen 8
Ferroin, Indicator bei der Titration von Cer(IV) mit Oxalat 333
Ferromangan, Bestimmung von Mangan 205

Ferrosilicium, Bestimmung von Zirkonium 404
Ferrovanadin, Bestimmung von Mangan als Permanganat mit elektrolytisch erzeugtem Vanadylion 373; Bestimmung von Eisen und Vanadium 132
Fette, Lösungsmittel für die Analyse von Fett in Lebensmitteln 384; Bestimmung von Butylhydroxyanisol 385; Identifizierung von Pesticid-Rückständen in tierischen Fetten 388; Bestimmung von Pesticid-Resten in tierischen und pflanzlichen Fetten 389
Fettsäuren, Nachweis auf mikroskopischem Wege 457; massenspektrometrische Analyse 451; Trennung als Chlorphenacylester 458; Analyse in Sojabohnen-, Leinsamen-, Korn-, Sonnenblumensamen- und Erdnußöl durch Gaschromatographie 385; Bestimmung im Olivenöl 385; in menschlichem Serum 214; der veresterten Fettsäuren im Blutserum 318; Bestimmung in Arterien und anderen Geweben 319
Fettstoffe, Analyse von Fettstoffen aus Menschenarterien und anderen Geweben 319
Feuchtigkeit, Bestimmung in Kohlen 154
Feuerfeste Steine, Bestimmung von Eisen 389
Fingerhut, Bestimmung der primären und sekundären Heteroside im roten Fingerhut 73
Fischleberöl, Bestimmung von Vitamin A 387
Fischmehl, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Fisetin, Nachweis 464
Flammenphotometrie, Einflüsse auf die Linienemission 194; Einfluß eines höheren Durchsatzes an Probelösung auf die Linienanregung 195; Experimentelle Ergebnisse zur Abkühlung der Flamme 195; Erklärung des Auftretens des Alkoholeffektes 123; Gegenseitige Störung der Kationen 195
Flavanone, Nachweis 464
Flavanonole, Nachweis 464
Flavone, Nachweis 464
Flavonole, Nachweis 464
Flavyliumperchlorat, als Reagens in der Papierchromatographie 126
Fleisch, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Fleischprodukte, Extraktion zur Fettanalyse 384
Flotationsrückstände, Analyse mit photoelektrischem Steelometer 301
Flugstaub, Bestimmung von Antimon 132
Fluor, Mikrobestimmung 443; Bestimmung als Lithiumfluorid 372; Bestimmung in Kartoffeln und Tee 386; in Beizbädern der Stahlindustrie 61; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 48, 378
Fluorescein, Untersuchung 411
Fluoresceinkomplexon, zur Bestimmung von Kupfer und Mangan 361
Fluorescierende Farben, Bestimmung von Wasser 68
Fluorid, Bestimmung an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 294; Bestimmung mit Thoriumnitratlösung und Alazirinrot S 294; pyrohydrolytische Untersuchung 444; Bestimmung in Kryolith und in Elektrolyten der Aluminiumherstellung 210; Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Flußwasser, Zerstörung von organischen Stoffen zur P- und N-Bestimmung 295; Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten 52
Folia Uvae Ursi, Bestimmung von Arbutin 76
Forensische Analyse, Untersuchung von Tinten, Farbstoffen und Lippenstiften 408
Formaldehyd, relatives Retentionsvolumen 6; gaschromatographische Bestimmung 3; Abtrennung von Wasser und Methanol 4; Bestimmung neben Polyoxymethylen 379
Formaldehyd-diäthylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Formaldehyd-dimethylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Formyl-capronsäureäthylester, Bestimmung 141
Frangularinde, Bestimmung der Wirkstoffe 79
Fremdelemente, bei der Spektralanalyse von Lösungen 123
Fructose, Bestimmung 144, 407
Früchte, Identifizierung und Bestimmung von Pesticid-Rückständen 388
Fucose, Trennung aus Gemischen 221
Fumarsäure, Abtrennung 154
Fungicide, Bestimmung von Kupferoxinat 305; Bestimmung von Captan 396
Funkenspektralanalyse, Einfluß von Fremdelementen 123
Furan, massenspektrometrische Analyse 452
Furfurolreaktion, zum Nachweis primärer Amine 455

Fuselöle, gaschromatographische Bestimmung in Weinbrand 384
Futtermittel, Bestimmung von Kupfer 67; Extraktion zur Fettanalyse 384; Bestimmung von Pesticid-Resten 388

Galaktonolacton, Bestimmung 381
Galaktosamin, Bestimmung 145; Trennung aus Gemischen 221
Galaktose, Bestimmung 407, 461; infrarotspektroskopische Bestimmung 283; Abtrennung 462; Trennung aus Gemischen 221
Galakturonsäure, Farbreaktion 145
Galenische Präparate, Gehaltsbestimmung 310
Galleninhalt, Bestimmung von Gallensäuren 226
Gallensäuren, Trennung durch Glaspapierchromatographie 226; Bestimmung in Gallen- und Duodenum-Inhalt 226
Gallium, Bestimmung als Chelat mit Superchrom-Garnet-Y 287; Bestimmung in Selen hoher Reinheit 298; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193
Gammastrahlenaktivität, Bestimmung aus dem integrierten Absorptionspeak 126
Gaschromatographie, Anwendung einer nichtlinearen Temperaturprogrammierung für gaschromatographische Trennungen 125; Empfindlichkeit von Katharometern 125; Kondensationssystem zum Fraktometer 154 C 125; Quantitative Analyse mit Wärmeleitzellen 197; Probensammler nach dem Cottrell-Prinzip 284; Alkylarylsulfonat als Säulenmaterial 283; neue stationäre Phasen zur Bestimmung von Alkohol neben viel Wasser 136
Gase, Bestimmung in Metallen 53; in Plutonium, Uran und Zirkonium 202; Bestimmung von Kohlenmonoxyd 50; von Kohlenmonoxyd in wasserstoff- und methanhaltigen Gasen 50; kleiner Sauerstoffmengen 51; von Sauerstoff in Wasserstoff und wasserstoffhaltigen Gasen 50; kleiner Chlormengen 51
Gasmischungen, Standardgasmischungen mit einem Bestandteil niedriger Konzentrationen 129
Gasolin, Bestimmung in Erdgas 155; Bestimmung von Tetraäthylblei 156
Gehirne, Isolierung der Cerebroside und Sulfatide aus Rattengehirnen 237
Gemische, Bestimmung von α-Pinen 306
Gemüse, Identifizierung und Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Genatropin, Nachweis 398
Geneserin, Nachweis 398
Geraniol, gaschromatographische Bestimmung 284
Gerbstoffe, quantitative Bestimmung 79
Germanium, Extraktion 127; Bestimmung in Erzen 207
Geruchswert, Bestimmung mexikanischer Knoblaucharten 387
Gesteine, Bestimmung von Niob 303
Gewebe, Analyse der Fettstoffe aus Geweben 319; Bestimmung von Pesticid-Resten in tierischem Gewebe 389; Nachweis von Alkaloiden in biologischen Geweben 308; Bestimmung von Thyroidhormonen 227; Isolierung, Nachweis und Bestimmung von Nucleotiden 236
Gewebsamine, papierchromatographische Bestimmung 223
Gewebsflüssigkeiten, Bestimmung von Sulfonamiden 320
Gitaloxin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Gitorin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Gitoxin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Gitterspektrometer, Erfahrungen 60
Glas, Bestimmung von Eisen 390
Glasgefäße, als Tanks in der Papierchromatographie 126
Glaspapierchromatographie, zur Trennung von Gallensäuren 226
Globulin, Bestimmung des Verhältnisses zu Albumin 219
Globuline, Bestimmung 218
Glucogitaloxin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Gluconolacton, Bestimmung 381
Gluconsäure, Analyse von Salzen 74
Glucosamin, Bestimmung 145; Trennung aus Gemischen 221
Glucose, Bestimmung 143, 144, 407, 461; infrarotspektroskopische Bestimmung 283; Trennung aus Gemischen 221; Bestimmung in Polysacchariden 462
Glucoseeinheiten, Bestimmung 146
Glucuronsäure, Farbreaktion 145; Trennung aus Gemischen 221
Glutaminsäure, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Glutaminsäure-Oxalessigsäuretransaminase, Bestimmung im Blutserum 240
Glutarsäure, Abtrennung 154

Glutarsäure-α-äthyl-diäthylester, Bestimmung 141
Glyceride, Bestimmung in Arterien und anderen Geweben 319
Glycerin, Bestimmung 459; Bestimmung der Polyäther 454; Bestimmung in Wein und Säften 383
Glycin, Bestimmung 320; anomale Reaktion bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 45
Glykochenodesoxycholsäure, Bestimmung 227
Glykodesoxycholsäure, Bestimmung 227
Glykogen-Endgruppen, Bestimmung 145
Glykoproteide, Bestimmung von Zucker 221
Glyoxal-bis-(2-hydroxy-anil), zur Bestimmung von Calcium 96
Gold, Bestimmung 197; polarographische Bestimmung 363; Mitfällung von Thallium 339; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Granit, Bestimmung von Eisen 390
Grauguß, Bestimmung von Kohlenstoff 62
Guluronsäure, Farbreaktion 145
Gußeisen, Bestimmung von Sauerstoff 63; Minderbefunde bei der Bestimmung von Schwefel 205
Gußstahlwerke, spektrometrische Untersuchungen 60

H-Säure, zur Bestimmung von Chlordioxyd 295
Hämatinsäureimid-methylester, Retentionsvolumen 382
Hämoglobin, Elektrophoretische Untersuchung 231, 232; Bestimmung von Eisen 214; von Kohlenoxydhämoglobin neben Hämoglobin 232
Härte, Bestimmung in Wasser 295
Hafnium, Bestimmung in Zirkonium 203; in Gemischen von Oxyden 292
Halogene, Bestimmung in organischen Substanzen 47, 451; in verschiedenen galenischen Präparaten 310
Haptoglobin, Bestimmung im Serum 220
Harn, Bestimmung von Kalium und Natrium 315; von Kupfer 67; von Inulin 221; von o-Hydroxyaminen 233; von Mephenesin 237; von Meprobamat 238; von Sulfonamiden 320; der Lipidhydroxyde und verschiedener Steroide 224; von Corticoiden 228; von Koproporphyrin 232; von Kynurenin, Aminobenzoesäuren, 3-Hydroxyanthranilsäure und o-Aminophenol 233. — Siehe auch Urin
Harnsäure, Bestimmung in Serum und Urin 236
Harnstoff, Titration 200; Titration mit Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren 199
Hartmetalle, Bestimmung von Vanadium 241
Harzsäuren, massenspektrometrische Analyse 304
Hauthomogenate, Bestimmung von SH-Gruppen 400
Hectorit, Analyse 301
Hefe, Bestimmung von Kupfer 67
Heidelbeerblätter, Bestimmung von Arbutin 76
Heptan, relatives Retentionsvolumen 6
Heptyljodid, Siedepunkt 422
Herz, Nachweis von Kalkablagerungen 211
Herzgewebe, Analyse von Plasmalogenen 237
Hesperitin, Nachweis 464
Heteroside, Bestimmung der primären und sekundären Heteroside im Fingerhut 73
Heu, Bestimmung von Pesticid-Resten 388
Hexacyanoferrat(II), zur Bestimmung von Thorium 366; Bestimmung neben Hexacyanoferrat(III), Cyanid und Rhodanid 446
Hexacyanoferrat(III), Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) neben Hexacyanoferrat(III) 446
Hexamethylbenzol, Farbreaktion 146
Hexamethylentetramin, Mikrobestimmung 141
Hexamethylentetraminmandelat, Mikrobestimmung 141
Hexan, relatives Retentionsvolumen 6
Hexanitrodiphenylamin, Bestimmung physikalischer Konstanten 139
Hexanitrophenylaminkomplexe, zur Bestimmung quaternärer Ammoniumionen 138
Hexosamine, N-Acetylierung und Bestimmung 145
Hexosen, Bestimmung 462
Hexyljodid, Siedepunkt 422
Histamin, Bestimmung 223
Histidin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Hochfrequenztitration, theoretische Zusammenhänge 198
Hochfrequenztitrimeter, Beschreibung 198
Hochmolekulare Verbindungen, Massenspektrometrie 159

Holz, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Humanplasma, Bestimmung von Chromspuren 316
Huminsäuren, Bestimmung in Badetorfen 347
Hunde, Analyse der Plasmalogene aus Herzgewebe 237
Hundekuchen, Extraktion zur Analyse von Fetten 384
Hydrastinin, Bestimmung 309
Hydrazinderivate, Bestimmung 153
Hydrazinsulfat, Bestimmung 153
Hydrochinon, Nachweis 126
Hydrochinonmethylester, Bestimmung in monomeren Acrylaten 394
Hydrocortison, Abtrennung 228
Hydroformylierungsprodukte, Bestimmung der Produkte aus Sorbinsäureäthylester 141
Hydrogensulfit-Ionenaustauscher, zur Bestimmung von Gemischen aus Aldehyden und Ketonen 460
Hydroxyaceton, Abtrennung 460; Bestimmung in Gemischen 460
1-Hydroxyacridin, als Reagens 198
o-Hydroxyamine, Bestimmung im Harn 233
3-Hydroxyanthranilsäure, Extraktion aus biologischem Material 223; Bestimmung im Harn 233
8-Hydroxychinaldin, Reaktion auf Chrom 87
6-Hydroxychinaldinsäure, Nachweis im Urin 235
8-Hydroxychinolin, Reagens auf Chrom 87
17-Hydroxycorticosteron, Bestimmung 224
3α-Hydroxy-7,12-diketocholansäure, Abtrennung 226
2-Hydroxy-1-(2-hydroxy-4-sulfo-1-naphthylazo)-3-naphthoesäure, als Indicator bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 439
3α-Hydroxy-12-ketocholansäure, Abtrennung 226
6-Hydroxykynurensäure, Nachweis im Urin 235
Hydroxylaminmethode, zur Carbonylbestimmung 140
Hydroxylgruppen, Bestimmung organischer Hydroxylgruppen durch katalysierte Acetylierung 134; Bestimmung aliphatischer alkoholischer Hydroxylgruppen 453; Titration phenolischer Hydroxylgruppen in nichtwäßriger Lösung 148
Hydroxylzahl, von Polyäthern und Polyestern 454
Hydroxyprolin, Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
α-Hydroxypropionaldehyd, Abtrennung 460; Bestimmung in Gemischen 460
5-Hydroxytryptamin, Nachweis 126; Bestimmung 223; Identifizierung in Mollusken 234
Hydroxyverbindungen, Bestimmung der Reduktionswirkung 462
Hyoscyamin, Bestimmung neben Scopolamin in Drogen 312
Hypojodit, zur Bestimmung von Aldosen 143

Iduronsäure, Farbreaktion 145
Illit, Analyse 301
Ilmenit, Bestimmung von Thorium 65
Imide, Bestimmung cyclischer Imide 143
Indicatoren, Absorptionsindicator für argentometrische Titrationen 285; N-Phenylanthranilsäure als Redoxindicator 130
Indium, Extraktion 84; Bestimmung in Erzen 207; in Mineralrohstoffen 302; Einfluß auf die Bestimmung von Gallium und Aluminium 288
Indol, Nachweis 126; Anomalie des Indols bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 45
Indolessigsäure, Nachweis 126
Industrieabwässer, Bestimmung kleiner Bariummengen 52
Infrarotspektren, Auflösung der Infrarotspektren von Steroiden 223
Infrarotspektroskopie, Möglichkeiten in wäßrigen Lösungen 283
Injektionen, Kontrolle durch UV-Spektrophotometrie 311
Injektionslösungen, Bestimmung von Tropanalkaloiden neben Morphin 313
Insektenausräucherung, Kontrolle des Dichlordifluormethangehaltes 396
Insulin, chromatographische Abtrennung an Celite-Austauschern 218
Inulin, Bestimmung in Blut und Harn 221
Ionenaustauscher, Hydrogensulfit-Ionenaustauscher zur Bestimmung von Gemischen aus Aldehyden und Ketonen 460
Ionenaustauschersäulen, freies Volumen 124
Ionone, Analyse 153
Iridium(IV), Reduktion im Silberreduktor 132
Isatinoxim, als Reagens 285
Isoamylalkohol, Bestimmung 384

Isobutanol, relatives Retentionsvolumen 6
Isobuttersäure-n-decylester, Bestimmung 428
Isobutylacetat, relatives Retentionsvolumen 6
Isobutylalkohol, Bestimmung 384
Isobutyraldehyd, relatives Retentionsvolumen 6
Isocitronensäure-Dehydrogenase, zur Bestimmung von isonisiertem Magnesium 315
Isocyanatgruppen, Mikro- und Halbmikrobestimmung 459
Isoleucin, Bestimmung 320
Isonicotinhydroxamsäure, Bestimmung 308
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 153
Isophthalsäure, Bestimmung von Nitroisophthalsäure 456
Isopren, Verwendung als Standardsubstanz für die Retentionszeiten von Kohlenwasserstoffen 135; massenspektrometrische Analyse 452
Isoprenalin, Bestimmung 223
Isopropanol, relatives Retentionsvolumen 6
Isopropylacetat, relatives Retentionsvolumen 6
N-Isopropylnoradrenalin, Bestimmung 223
Isopropylphenazon, Bestimmung 80
Isothiocyanatgruppen, Mikro- und Halbmikrobestimmung 459
Isovaleriansäure, Identifizierung 458

Jauche, Bestimmung von Kupfer 67
Jod, Bestimmung in biologischem Material 213
^{131}Jodaminosäuren, Bestimmung in Plasma 216
Jodid, zur Bestimmung von Silber 362
Jodmethan, Verhalten der Nitride verschiedener Metalle gegen Jodmethan 61

K-Wert, zur Erkennung naturreiner Weine 383
Kämpferol, Nachweis 464
Käse, Bestimmung von Pesticid-Resten 389
Kalilauge, Absorption von Kohlensäure in alkoholischer Kalilauge 165
Kalium, Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der mikroskopischen Bestimmung 437; Bestimmung in Molybdänpulver 59; in Seebittersalzen 355; in eiweißreichen Flüssigkeiten 399; Diffusion beim Menschen 315; Einfluß auf die flammenphotometrische Rubidiumbestimmung 437; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Kalium-42, bei der Bestimmung von Kalium in menschlichem Gewebe 315
Kaliumcyanoferrat(II), zur Bestimmung von Wismut 370
Kaliumfällungsmittel, als Alkaloidreagentien 309
Kaliumjodid, zur Bestimmung von Silber 362
Kaliumjodidlösung, Reaktionsfähigkeit von Oxydationsmitteln 128
Kaliumjodowismutatlösung, zur Gehaltsbestimmung von Alkaloidextrakten 310
Kaliummanganat, Anwendung in der Analyse 34
Kaliumoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Kaliumpermanganat, Anwendung eines automatischen Titriergerätes für Titrationen mit Kaliumpermanganat 111
Kaliumquecksilberjodid, zur Fällung von Caprolactam 380
Kalk, Nachweis im Herzen 211
Kalkdünger, Bestimmung von Kupfer 67
Kalkstein, komplexometrische Untersuchung 439; Bestimmung von Eisen 389, 390
Kaninchen, Nachweis von Chinolinderivaten im Urin 235
Kaninchenepidermis, Bestimmung von SH-Gruppen 400
Kaolin, Analyse 301
Karl Fischer-Methode, Endpunktsbestimmung 360
Karl Fischer-Reagens, zur Bestimmung von Wasser in technischen Produkten 68
Kartoffeln, Bestimmung von Fluor 386
Katalysatoren, Bestimmung von Arsen in Petroleum-Crackkatalysatoren 392; von Arsen in Platin enthaltenden Katalysatoren 393
Katharometer, Empfindlichkeit 125
Kathodenstrahlpolarograph, zur Bestimmung von Kobalt 374
Kationen, gegenseitige Störung bei der Flammenphotometrie 195
Kephalin, Bestimmung im Herzgewebe von Tieren 237
Keratin, Aminosäureanalyse auf Wollkeratin 304

Ketokörper, Mikrobestimmung im Blut 317
Ketone, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; polarographische Bestimmung 457; massenspektrometrische Analyse 451; Abtrennung von Aldehyden 457; Bestimmung von Wasser 279
Ketosteroide, Einfluß des Albumins auf die Bestimmung der Ketosteroide im Urin Schwangerer 225
3-Ketosteroide, Bestimmung mit 2,6-ditert.-butyl-p-kresol 225
D^4-3-Ketosteroide, säulenchromatographische Trennung 224
Kieselgele, zur chromatographischen Trennung von Kohlenwasserstoffen 136
Kieselsäure, Bestimmung in Schlacken 69; Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416, 418
Klinker, Bestimmung von Al und Fe in Cr-Klinkern 209
Knoblauch, Bestimmung des Geruchswertes mexikanischer Knoblaucharten 387
Kobalt, Reaktion mit 2-Carboxy-isonitrosoacetanilid 447; mit Isatinoxim 285; Bestimmung durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; polarographische Bestimmung 374; volumetrische Bestimmung 447; Bestimmung als Rhodanatokomplex 375; Bestimmung mit Oxamidoxim 446; Bestimmung und Trennung von Kupfer 376; Bestimmung neben Kupfer und Nikkel 375; neben Blei 369; Trennung von Eisen 373; Bestimmung in Zirkonium 56; in Nickel hoher Reinheit 206; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; Vanadiumbestimmung in Gegenwart von Kobalt 247; Bestimmung von Nickel neben Kobalt 95
Kobalt-Arsenerze, Bestimmung von Nickel 66
Kobaltchlorid, Nachweis von Eisen 70
Kobalt(II, III)-oxyd, als Verbrennungskatalysator in der Elementaranalyse 448
Kobaltoxyd-Molybdänoxyd-Aluminiumoxyd-Katalysatoren, Bestimmung von Arsen 392
Kohlen, Feuchtigkeitsbestimmung 154
Kohlendioxyd, Absorption durch Natronasbest und Natronkalk 44; massenspektrometrische Analyse 452; Bestimmung in Wein 383; Nachweis in der Luft 125; in Elektrolytwasserstoff 125; Bestimmung in Silicat- und Carbonatmineralien 300; Aktivierung und Desaktivierung von Oxydationsschichten der Elementaranalyse, die in Kohlendioxydatmosphäre verwendet werden 17
Kohlenmonoxyd, Bestimmung in Gasen 50; Nachweis in Elektrolytwasserstoff 125; Bestimmung in wasserstoff- und methanhaltigen Gasen 50
Kohlenoxydhämoglobin, Bestimmung 232; im Blut 232; im Serum 220
Kohlensäure, Absorption in alkoholischer Kalilauge 165; in alkoholischer Ammoniaklösung 166; Bestimmung niedriger Konzentrationen in Luft 163
Kohlenstoff, Bestimmung in Uran 297; spektrochemische Bestimmung im Stahl und Grauguß 62; Bestimmung nach automatischer Verbrennung in organischen Substanzen 448; Verhältnis zu Wasserstoff in Kohlenwasserstoffen 136; Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff an Kohlenstoffilmen 200
Kohlenstoff-14, Bestimmung 44, 377
Kohlenwasserstoffe, auf Isopren bezogene Retentionszeiten 135; gaschromatographische Untersuchung 284; Tetracyanoäthylen als Sprühreagens für aromatische Kohlenwasserstoffe 146; Trennung an verschiedenen Kieselgelen 136; Nachweis in Elektrolytwasserstoff 125; Bestimmung des Verhältnisses zwischen Kohlenstoff und Wasserstoff in flüssigen Kohlenwasserstoffen 136; Untersuchung aromatischer Kohlenwasserstoffe in Tieftemperatur-Teer 146; Bestimmung von Wasser 276
Komplexbildner, Beziehungen zwischen der Stabilität von Metallkomplexen und Struktur der Komplexbildner 129
Kondensationsprodukte, Nachweis von phenolischen Kondensationsprodukten 463
Konzentrate, Bestimmung von Antimon 132; von Platin und Palladium 390
Koordinationssystem, zum Fraktometer 154 C 125
Koproporphyrin, Bestimmung im Harn 232
Kornöl, Analyse der Fettsäuren 385
Kresole, Trennung der Isomeren 147
Kryolith, Bestimmung von Fluorid 210
Kunstharzsäuren, Analyse der Methylester 304
Kupfer, Reaktion mit Isatinoxim 285; Prüfung des Extraktionsgleichgewich-

tes mit Oxin 128; Bestimmung 197; durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; Titration 438; mit Calcein als Indicator 361; Bestimmung mit 6-Methylpyridin-2-aldoxim 185; Bestimmung von Kupfer(I)- und Kupfer(II)-ionen nebeneinander 360; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung neben Blei 369; Trennung von Kobalt und Nickel 376; Bestimmung in Messing 132; in Silberloten 54; in Aluminiumlegierungen 296; in Zirkonium 56; in Selen hoher Reinheit 298; in Molybdänpulver 59; in Nickel hoher Reinheit 206; in Erzen und Flotationsrückständen 301; in Mineralrohstoffen 302; in Carbonatit 389; in Bodenproben und anderen biologischen Substanzen 67; in pflanzlichem Material 391; Mitfällung von Thallium 341; Einfluß auf die Silberbestimmung 361; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Luminescenz von Phosphoren 130; Bestimmung von Silber neben Kupfer 362; von Silber und Quecksilber 286; von Thallium(III) 292; von Sauerstoff 58; von Kobalt 375; von Nickel 95
Kupfer(II), Reduktion im Silberreduktor 132; Titration mit elektrolytisch erzeugtem Zinn(II) 286; Bestimmung von Kobalt neben Kupfer(II) 375
Kupferacetat, zur Bestimmung von Barbitalen 73
Kupfer(II)-chlorid, Extraktion 85
Kupferdiäthyldithiocarbaminat, als Indicator bei der Bestimmung von Cyanid 440
Kupferlegierungen, Schnellbestimmung von Aluminium 53; Bestimmung von Zinn 201; polarographische Bestimmung von Tellur 54
Kupferlösung, zur Bestimmung reduzierender Zucker 144
Kupfer-Nickellegierungen, Analyse 296
Kupferoxinat, Bestimmung 305
Kupferoxyd, Untersuchung verschiedener Kupferoxyde auf ihre Eignung in der Elementaranalyse 21, 175
Kupferplattierungsbäder, Bestimmung freier Schwefelsäure 210
Kupferron, Verwendung zur Bestimmung von Zinn 440; volumetrische Bestimmung 128
Kupferronate, volumetrische Bestimmung 128
Kupfer-Zinklegierungen, Analyse 296
Kynurenin, Bestimmung im Harn 233
Kynurensäure, Nachweis im Urin 235
Laboratorium, kontinuierlich arbeitende Destillationsapparatur 133
Lactat, Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Lactobacillus, zur Bestimmung von Phantothensäure 388
Lactose, Bestimmung 407
Lävulinsäure, verschiedene Bestimmungsmethoden 460
Lanthan, Abtrennung von Uran 368
Laurinsäure, Identifizierung 458; Abtrennung 458
Lebensmittel, Analyse von Fetten 384. — Siehe auch Nahrungsmittel
Lecithin, Bestimmung im Serum 215; Bestimmung im Herzgewebe von Tieren 237
Legierungen, Untersuchung der Röntgenfluorescenz 283; Bestimmung von Magnesium 286; von Zirkonium 403
Leinsamenöl, Analyse der Fettsäuren 385
Leucin, Bestimmung 320
Levopimarat, Analyse 305
Lichtgrün, Untersuchung 411
Lidocain, Bestimmung mit cis-Aconitinanhydrid 75
Linienemission, Einflußgrößen bei der Flammenphotometrie 194
Linimentum Capsici, Bestimmung von Halogen 310
Linimentum chloroformiatum, Bestimmung von Halogen 310
Linolensäure, Abtrennung 458
Linolsäure, Abtrennung 458
Lipide, Analyse mit der Radioreagensmethode 229; Nachweis in Eluaten der Säulenchromatographie 229
Lipidhydroxyde, Bestimmung im Harn 224
Lippenstifte, Untersuchung 411; papierchromatographische Analyse 408
Lithium, als Referenzelement bei der flammenphotometrischen Rubidiumbestimmung 437; Bestimmung neben Aluminium 360; Bestimmung in Silicatgesteinen und Waschlösungen 64; Einfluß auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105
Lithiumfluorid, Bestimmung von Fluor als Lithiumfluorid 372
Lithocholsäure, Abtrennung 226
Lithopone, Bestimmung von Gesamtzink und Zinkoxyd 210
Löslichkeit, Bestimmung von organischen Verbindungen 134
Lösungen, Untersuchung der Röntgenfluorescenz 283

Lösungsmittel, Bestimmung in Wachsen und Schmierölen 157
Luft, Nachweis von Kohlendioxyd 125; Bestimmung niedriger Kohlendioxydkonzentrationen 163; Nachweis von Acetylen 125; Bestimmung von Acetylen 49; von Brennstoffdämpfen 49; Analyse auf Ozon und organische Oxydationsmittel 49; Bestimmung von freiem Chlor 49
Lumineszenzausbeute von Phosphoren, Herabsetzung durch Spurenelemente 130
Lumisterin, Nachweis 229
Lutein, Bestimmung 158
2,6-Lutidin, kryoskopische Bestimmung 307
Lysin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Lysin-ε-Aminogruppen, Bestimmung in Baumwollöl 386
D-Lyxose, Bestimmung 461

Mäuse, Bestimmung von Thyroidhormonen im Trypsinhydrolysat der Schilddrüsen 227
Magnesium, flammenphotometrische Bestimmung 363; fluorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 364; spektralphotometrische Bestimmung als Bissalicylidenäthylendiaminkomplex 364; Bestimmung mit ÄDTA 438; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung in Wasser 295; in Legierungen 286; in Aluminiummetall 363; in Zirkonium 56; in Molybdänpulver 59; in Tonmineralien 301; in Serum, Cerebrospinalflüssigkeit und Urin 316; von ionisiertem Magnesium im Plasma 315; Einfluß auf die flammenphotometrische Rubidiumbestimmung 437; auf die Kupferbestimmung 193; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105, 108; auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Magnesiumoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Magnetit, Bestimmung in Sulfiderzen 209
Malachitgrün, Untersuchung 411
Maleinsäure, Identifizierung 458; Abtrennung 154
Maleinsäurediamid, Bestimmung 143
Maleinsäureimid, Retentionsvolumen 382
Malonester, Verhalten bei der Aminostickstoffbestimmung 45
Malonsäure, Nachweis 126, 458; Bestimmung 143; Verhalten bei der Aminostickstoffbestimmung 45
Malonsäurediamid, Bestimmung 143
Maltose, Bestimmung 144
D,L-Mandelsäure, chromatographische Spaltung des Racemats 134
Mangan, Verhalten des Nitrids gegen Jod- und Brommethan 61; Bestimmung durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; Titration als Permanganat mit elektrolytisch erzeugtem Vanadylion 372; Bestimmung mit Calcein als Indicator 361; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung in Zirkonium 56; in Molybdänpulver 59; Bestimmung in Ferromangan 205; Ausfällung in Silicatgesteinsanalysen 300; Bestimmung in manganorganischen Verbindungen 401; in Benzin 156; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Bestimmung von Zirkonium 173; Bestimmung von Cadmium neben Mangan 287; von Vanadium 247; von Kobalt 375; von Nickel 95
Mangan(VII), Extraktion 127
Manganat, Anwendung in der Analyse 34
Manganbäder, Bestimmung von Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff 200
Manganchlorid, flammenphotometrische Untersuchung 123
Manganorganische Verbindungen, Bestimmung von Mangan 401
Manganoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Mannit, Bestimmung 459
Mannose, Bestimmung 407, 461; Abtrennung 462; Trennung aus Gemischen 221
Mannuronsäure, Farbreaktion 145
Margarinsäure, Identifizierung 458
Massenspektrometrie, Anwendung zur Analyse organischer Verbindungen 451/452
Menschen, Diffusion von Natrium und Kalium 315; Bestimmung von Cholsäure und Chenodesoxycholsäure in Plasma 226; Analyse der Fettstoffe, die aus Arterien und anderen Geweben gewonnen sind 319
D,L-Menthol, chromatographische Spaltung des Racemats 134
Meperidin, Bestimmung in biologischem Material 234
Mephenesin, Bestimmung in Plasma und Harn 237

Meprobamat, Bestimmung 72; im Harn 238
Meprobamate, papierchromatographischer Nachweis 397
2-Mercapto-benzthiazol, Bestimmung 153
Mesoporphyrin, Untersuchung der Oxydationsprodukte 382
Messing, Bestimmung von Eisen und Kupfer 132
Meßzellenwiderstand, Polarograph mit automatischer Eliminierung des Meßzellenwiderstandes 285
Metachromolivbraun, Farbreaktion mit Scandium 288
Metallcarbide, Bestimmung von Vanadium 241
Metalle, Bestimmung von Blei in hochreinen Metallen 201; Bestimmung von Gasen 53; von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff nach dem Vakuum-Schmelzverfahren 200
Metallfällungen, mit Phenylarsinsäuren 127
Metallionen, Reaktionen mit 2-Carboxyisonitrosoacetanilid und seinem Methylester 447; Einfluß von Sauerstoff auf das Wechselstrompolarogramm 198; quantitative elektrolytische Bestimmung 197
Metallkomplexe, Beziehungen zwischen Stabilität der Metallkomplexe und der Struktur der Komplexbildner 129
Metalloxyde, Bestimmung von Wasser 68; von Vanadium 241
Metallsalze, Extraktion mit Methylisobutylketon aus saurer Lösung 127
Methamphetamin, Unterscheidung von anderen Sympathicomimetica 78
Methan, Nachweis in Elektrolytwasserstoff 125; Bestimmung von Nitromethan neben Nitrit in gasförmigen Produkten der Nitrierung 455
Methanhaltige Gase, Bestimmung von Kohlenmonoxyd 50
Methanol, relatives Retentionsvolumen 6; massenspektrometrische Analyse 452; Abtrennung von Wasser und Formaldehyd 4; Bestimmung in Branntwein 384; Einfluß in der Flammenphotometrie 123
Methionin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Methylacetanilid, Titration 200
Methylacetat, relatives Retentionsvolumen 6
Methyläthylketon, Bestimmung in Wachsen und Schmierölen 157
3-Methyl-4-äthylmaleinsäureimid, Retentionsvolumen 382
2-Methylanthracen, Farbreaktion 146
Methylarabinoside, Bestimmung 145
Methylbenzoesäuren, Identifizierung 458
Methylbromid, massenspektrometrische Analyse 452
N-Methylchinaldiniumjodid, zum Nachweis von Naphthochinon 152
Methylchlorid, massenspektrometrische Analyse 452
6-Methyl-2-cyanpyridin, Schmelzpunkt und Reinigung 322
4-Methyl-1,2-cyclohexandiondioxim, zur Bestimmung von Palladium 376
Methylenblau, Untersuchung 411
Methylenchlorid, relatives Retentionsvolumen 6
Methylengruppen, Einfluß auf die Aminostickstoffbestimmung 45
Methylester von Kunstharzsäuren, Analyse 304
Methylfisetin, Nachweis 464
Methylformiat, relatives Retentionsvolumen 6
2-Methylfuran, massenspektrometrische Analyse 452
Methylglyoxal, Abtrennung und Bestimmung in Gemischen 460
Methyl-isobutylketon, zur Extraktion von Metallsalzen 127
Methylisopropenylketon, Analyse eines Mischpolymerisates 394
Methylisopropylketon, relatives Retentionsvolumen 6
Methyljodid, Siedepunkt 422
Methyljonone, Analyse 153
Methylnaphthaline, Farbreaktion 146
4-Methylnioxim, zur Bestimmung von Palladium 376
Methyloctadecadienoate, Bestimmung konjugierter cis-trans- und trans-trans-Verbindungen 459
1-Methylphenanthren, Farbreaktion 146
2-Methyl-2-n-propyl-1,3-propandioldicarbaminat, Bestimmung 72; im Harn 238
6-Methyl-pyridin-2-aldoxim, zur Bestimmung von Kupfer 185
Methylsalicylat, Bestimmung in alkoholfreien Getränken 382
8-Methylxanthurensäure, Nachweis im Urin 235
Mikroanalyse, Quantitative organische Mikroanalyse (Roth) 43 [L]
Mikroelementaranalyse, weitere Beiträge 377
Mikropipetten, Herstellung und Eichung 133

Milch, Bestimmung von Kupfer 67; von Pesticid-Resten 389
Milchsäure, Abtrennung 460
Miltown, Bestimmung 72
Mineralien, Bestimmung von Aluminium 207; von Thorium 65; von Uran 290; von verschiedenen Oxyden 208
Mineralrohstoffe, Bestimmung von Blei, Zink, Kupfer, Thallium und Indium 302
Mineralwasser, Analyse auf Beryllium 363
Mischdünger, Bestimmung von Ammoniakstickstoff 115, 117
Mist, Bestimmung von Kupfer 67
Mollusken, Identifizierung von 5-Hydroxytryptamin 234
Molybdän, Unterschiede zwischen der colorimetrischen und gravimetrischen Bestimmung 66; Bestimmung neben Uran 28; Bestimmung in Zirkoniummetall 298; in 18/8-Stählen 63; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; Vanadiumbestimmung in Gegenwart von Molybdän 247; Bestimmung von Wolfram neben Molybdän 203; von Rhenium 446
Molybdän(VI), Extraktion 127
Molybdänmetall, Bestimmung von Antimon 59
Molybdän-Metallpulver, Analyse 58
Molybdän-Nickellegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 58
Molybdänoxyd-Kobaltoxyd-Aluminiumoxyd-Katalysatoren, Bestimmung von Arsen 392
Molybdat, Reduktion im Silberreduktor 132; Mitfällung von Thallium 341; Bestimmung von Antimon 59
Molybdat-Vanadat-Methode, zur Mikrobestimmung von Phosphorsäure im Kjeldahlaufschluß von biologischem Material 412
Monazitsand, Bestimmung von Thorium 290
Monoäthylenglykol, Bestimmung in Mischungen 142
Monobutylphosphat, Bestimmung 379
Monochloracetataldehyd, relatives Retentionsvolumen 6
Monochromblau Z (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Monochromgrün S (saures), Farbreaktion mit Scandium 288
Monojodtyrosin, Bestimmung 216; Abtrennung 227
Montmorillonit, Analyse 301
Mordant Blau 2 R, zur Bestimmung von Uran und Thorium 367
Morphin, Nachweis 398; Bestimmung 307, 309; Bestimmung von Tropanalkaloiden neben Morphin in pharmazeutischen Injektionslösungen 313
Mucopolysaccharide, Bestimmung 320
Mutterkornalkaloide, Analytik 313
Myristinsäure, Nachweis 229, 458; Abtrennung 458

Nahrungsmittel, Bestimmung von Äthanol 71; von Pesticid-Resten 388. — Siehe auch Lebensmittel
Naphthalin, Analyse 382; Bestimmung der Reduktionswirkung von Hydroxy- und Aminoderivaten 462
α-Naphthalinboronsäure, Farbreaktion 345
1,4-Naphthochinon, Nachweis 152
Naphtholgrün, Indicator bei der Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450
Naphtholsulfosäuren, Bestimmung 149
Narcotin, Bestimmung 309
Naringenin, Nachweis 464
Natrium, Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der mikroskopischen Bestimmung 437; acidimetrische Mikrobestimmung nach Fällung als Natriumzinkuranylacetat 1; Bestimmung in Molybdänpulver 59; in eiweißreichen Flüssigkeiten 399; im Blutserum 314; Diffusion beim Menschen 315; Einfluß auf die flammenphotometrische Rubidiumbestimmung 437; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Natrium-24, bei der Bestimmung von Natrium in menschlichen Geweben 315
Natriumacetat, Bestimmung 285; Titration mit Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren 199
Natriumjodid, Elektrophoretische Bestimmung 285
Natriumjodidkristalle, Bestimmung in Thallium 69
Natrium-2-methyl-2,4-pentandiol-monoborat, Farbreaktion 345
Natriumoleat, Bestimmung 285
Natriumoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Natriumrhodizonat, Identität des Farbreagenses mit Tetrahydroxychinon 131
Natriumundecylat, Bestimmung 285
Natriumzinkuranylacetat, bei der Bestimmung von Natrium 1

Natronasbest, Absorption von Kohlendioxyd 44
Natronkalk, Absorption von Kohlendioxyd 44
Neo-oxin, als Reagens 198
Neoxanthin, Bestimmung 158
Neptunium, Bestimmung in Plutoniummetall 202
Nerol, gaschromatographische Bestimmung 284
Nickel, Verwendung als Elektrodenmaterial zur Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Reaktion mit 2-Carboxyisonitrosoacetanilid 447; mit Isatinoxim 285; Untersuchung des Komplexes mit Nicotinamidoxim 91; Prüfung des Extraktionsgleichgewichtes mit Oxin 128; Bestimmung durch Röntgenfluorescenzanalyse 124; volumetrische Bestimmung 447; Bestimmung mit Oxamidoxim 446; mit Nicotinamidoxim 91; Bestimmung und Trennung von Kupfer 376; Bestimmung neben Blei 369; gleichzeitig mit Eisen 374; Bestimmung in Mischungen 95; in Silberloten 54; in Uran 297; in Zirkonium 56; in Zircaloy-2 57; in Molybdänpulver 59; in 18/8-Stählen 63; in Kobalt-Arsenerzen 66; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von Sauerstoff 58; von Kobalt neben Nickel 375; von Co, Cu, Pb und Zn in Reinstnickel 206
Nickelbäder, Bestimmung von Wasserstoff, Stickstoff und Sauerstoff 200
Nickel-Chromstähle, Bestimmung von Zirkonium 404
Nickel-Eisenfilm, Elektronenanalyse 39
Nickelkomplex, zur Bestimmung von Diacetyl 380
Nickel-Kupferlegierungen, Analyse 296
Nickel-Molybdänlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 58
Nickel-Wolframlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 58
Nicotinamidoxim, Verwendung als analytisches Reagens 91; Untersuchung des Nickelkomplexes 91
Nicotinhydroxamsäure, Bestimmung 308
Nicotinsäure, Bestimmung 80
Nicotinsäureamid, Bestimmung 80
Nicotinsäurebenzylester, Bestimmung 80
Nicotinsäurediäthylamid, Bestimmung 80
Nicotinsäureisopropylester, Bestimmung 80
Nicotinsäuremethylester, Bestimmung 80
Niedervolt-Massenspektrometrie, zur Analyse organischer Verbindungen 452
Nierenhomogenat, Bestimmung von Thyroidhormonen 227
Niob, Bestimmung 292; Abtrennung von Tantal 371; Bestimmung in Tantal 203; in 18/8-Stählen 63; spektralchemische Bestimmung in Gesteinen 303; Bestimmung von Zirkonium 293
Niobcarbid, Bestimmung von Vanadium 241
Nioboxyd, Bestimmung von Vanadium 241
Nitramine, Tüpfelteste 305
Nitrat, Tüpfelteste auf anorganische und organische Nitrate 305; Identifizierung aliphatischer Nitrate durch Schmelzen mit Thymol 456; Bestimmung 441; colorimetrische Bestimmung 441; Bestimmung in Gegenwart von Zirkonium 441; Einfluß auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173
Nitrilgruppe, massenspektrometrische Analyse 452
Nitrilotriessigsäure, Bestimmung 461
Nitrit, Bestimmung von Nitromethan neben Nitrit 455
Nitrobenzoesäure, Identifizierung 458; Bestimmung in Benzoesäure 456
Nitrobenzol, Analyse 381; Bestimmung 456
Nitrobenzolsulfochloramid, zur Bestimmung von Dialkyl- und Arylalkylthioäthern 454
p-Nitrobenzylsulfonylsulfilimine, bei der Bestimmung von Dialkyl- und Alkylarylthioäthern 454
Nitrocyclohexan, Bestimmung 456
Nitrodurol, Bestimmung in p-Xylol 456
3-Nitro-4-hydroxyphenylarsinsäure, Abtrennung 456
Nitroisophthalsäure, Bestimmung in Isophthalsäure 456
Nitromethan, Lösungsmittel zur Titration organischer Basen 199; Bestimmung neben Nitrit 455
Nitroparaffine, Bestimmung primärer Nitroparaffine 139; gaschromatographische Trennung von C_1—C_4-Nitroparaffinen 139
4-Nitrophenylarsinsäure, Abtrennung 456
Nitropropan, Bestimmung 456
Nitroterephthalsäure, Bestimmung in Terephthalsäure 456

Nitroverbindungen, Bestimmung 140; coulometrische Bestimmung bei konstantem Potential 456
2-Nitro-m-xylol, Bestimmung in m-Xylol 456
α-Nitro-p-xylol, Bestimmung in p-Xylol 456
Nontronit, Analyse 301
Nonyljodid, Siedepunkt 422
Noradrenalin, Bestimmung 78, 223
Nor-Meperidin, Bestimmung im biologischem Material 234
Novocain, Bestimmung 397; mit o-Phthaldialdehyd 77
Nucleotide, Isolierung, Nachweis und Bestimmung im Gewebe 236

Octan, relatives Retentionsvolumen 6
Octyljodid, Siedepunkt 422
Odorosid, H. Bestimmung im roten Fingerhut 73
Öl, Bestimmung von Vitamin A 387
Ölsäure, Abtrennung 458
Oenanthsäure, Identifizierung 458
Olefine, massenspektrometrische Untersuchung 452
Olivenöl, Bestimmung der Fettsäuren 385
Ordnungszahl, Bestimmung von schweren Atomen in Medien niederer Ordnungszahl 124
Organische Basen, Titration in Nitromethan 199
Organische Farbstoffe, Verwendung zur Bestimmung von Uran und Zirkonium 367
Organische Lösungsmittel, Bestimmung von Wasser 269
Organische Medien, Polarographische Untersuchung mit neuem Polarographen 285
Organische Mikroanalyse, Quantitative organische Mikroanalyse (Roth) 43 [L]
Organische Oxydationsmittel, Analyse von Luft, die organische Oxydationsmittel enthält 49
Organische Substanzen, Bestimmung der Löslichkeit 134; Bestimmung von Reduktionswirkungen 462; Identifizierung durch Schmelzen mit Thymol unter dem Mikroskop 456; infrarotspektroskopische Untersuchung 283; massenspektrometrische Bestimmung 451; Bestimmung von Tritium 359; Nachweis von Bor 343; Bestimmung von Kohlenstoff-14 44; von Kohlenstoff und Wasserstoff 448; von Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff 448; von Phosphat 442; von Phosphor und Fluor 378; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Arsen 46; mikroanalytische Schnellbestimmung von Arsen 378; Bestimmung von Vanadium 371; Mikrobestimmung von Schwefel 450; Komplexometrische Endbestimmung von Schwefel im Anschluß an verschiedene Aufschlußverfahren 47; Bestimmung von Halogen 47; Mikrobestimmung von Halogen 451; Bestimmung von Fluor 444; Mikrobestimmung von Chlor in 48 hochchlorierten organischen Verbindungen 451; Bestimmung von Brom, Chlor und Schwefel neben Fluor und Phosphor 378; Bestimmung von Mangan 401; Bestimmung von Kupferoxinat neben gefärbten organischen Verbindungen 305
Organische Synthese, Bestimmung von 5-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-2-sulfochlorid in Zwischenprodukten 394
Ovalbumin, Bestimmung von Mercaptogruppen mit Cyanoferrat(III) 217
Oxalat, Verwendung zur Titration von Cer(IV)-sulfat 333; Bestimmung mit Silberpermanganat als Maßlösung 444; Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Oxalessigsäure, Bestimmung im Blut 221
Oxalsäure, Identifizierung 458; Bestimmung 143
Oxalsäure-Ameisensäure-Essigsäuregemische, Analyse 34
Oxalsäuredihydrazid, Bestimmung 153
Oxamidoxim, zur Bestimmung von Kobalt und Nickel 446
Oxin, Prüfung des Extraktionsgleichgewichtes mit Kupfer und Nickel 128
Oxyäthyltheophyllin, Bestimmung 80
Oxydationsmittel, Reaktionsfähigkeit gegenüber Kaliumjodidlösung 128; Analyse von Luft, die organische Oxydationsmittel enthält 49
Oxydationsschichten, Aktivierung und Desaktivierung von Oxydationsschichten, die in Kohlendioxydatmosphäre verwendet werden 17
Oxydationsvorgänge, bei der Elementaranalyse 17, 175
Oxyde, Bestimmung von Vanadium 241
Oxydeinschlüsse, Freilegen nach dem Chlorvakuumverfahren in Stählen 62
Oxydgemische, Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 292
5-Oxy-10,11-dihydrodibenzo-(b.f)-borepin, Farbreaktion des Anhydrids 345

Oxyhämoglobin, Bestimmung 232; Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin neben Oxyhämoglobin 232
Ozon, Analyse von ozonhaltiger Luft 49

Palladium, Reaktion mit 2-Carboxyisonitrosoacetanilid 447; Bestimmung mit2-Carboxyisonitrosoacetanilid447; mit 4-Methyl-1,2-cyclohexandiondioxim 376; Bestimmung in Erzen und Konzentraten 390; Mitfällung von Thallium 339; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Palmitinsäure, Identifizierung 458; Abtrennung 458
Paludrin, Bestimmung 73
Palygorskit, Analyse 301
Pantothensäure, Bestimmung mit Lactobacillus casei und L. plantarum 388
Papaverin, Nachweis 398; Bestimmung mit o-Phthaldialdehyd 77
Papierchromatographie, Glasgefäße als Tanks 126; Unterscheidung von Flecken mit nahe beieinanderliegenden R_f-Werten 126; Flavyliumperchlorat als Reagens 126; Trennung von Gallensäuren an Glaspapier 226; in der Botanik (Linskens) 121 [L]
Paraffine, gaschromatographische Untersuchung 124
Pararosanilin, Indicator bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure 199
Paredrin, Bestimmung 223
Pectolinarigenin, Nachweis 464
Pelargonsäure, Identifizierung 458
Pentamethylentetrazol, Bestimmung 80
Pentane, relative Retentionsvolumina 6
Pentanitrodiphenylamin, Bestimmung von physikalischen Konstanten 139
Pentanon-3, relatives Retentionsvolumen 6
Pentosen, Bestimmung 462
Perchloräthylen, Lösungsmittel für die Fettanalyse in Lebensmitteln 384
Perjodat, coulometrische Bestimmung 445
Permanganat, automatisches Titriergerät für Titrationen mit Permanganat 111; Anwendung zur volumetrischen Bestimmung von Quecksilber(I) 364; Reduktion im Silberreduktor 132
Perrhenat, Vergleich des polarographischen Verhaltens mit Pertechnetat 445
Persulfate, Bestimmung 371
Pertechnetat, bei der Bestimmung von Technetium 445
Pesticide, Identifizierung in Früchten, Gemüsen und tierischen Fetten 388; Nachweis und halbquantitative Bestimmung in Nahrungsmitteln 388
Petroleum, Bestimmung der Porphyrine in Rohpetroleum 155
Petroleum-Crackkatalysatoren, Bestimmung von Arsen 392
Petroleumfraktionen, Bestimmung von Stickstoff 156
Pflanzen, Mikrobestimmung von Selen 316
Pflanzenauszüge, Untersuchung auf Flavanone und Flavanonole 464
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Kupferspuren 67, 391; von Stärke 158
pH-Wert, Messung in Fasermaterial 159
Pharmaceutica, Kontrolle durch UV-Spektrophotometrie 311; Bestimmung von Arsen und Antimon 71; von Äthanol 71; von Rivanol 80
Phenacetin, Bestimmung von Coffein und Antipyrin 311
Phenanthren, Farbreaktion 146; Analyse 382
o-Phenanthrolin, Maskierungsmittel für zweiwertige Elemente bei der Bestimmung von Blei und Aluminium 368
Phenol, Bestimmung in monomeren Acrylaten 394
Phenoläther, Nachweis 464
Phenoldämpfe, Nachweis 463
Phenolderivate, Bestimmung 148
Phenole, anomale Reaktion bei der Aminostickstoffbestimmung nach Van Slyke 449; Bestimmung 148, 453
Phenolester, Nachweis 464
Phenolische Gruppen, Nachweis in aromatischen Verbindungen 463
Phenothiazine, Nachweis und Bestimmung 147
Phenylalanin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
N-Phenylanthranilsäure, als Redoxindicator 130
Phenylarsinsäuren, zu Metallfällungen 127
Phenylarsonsäure, zur Trennung von Niob und Tantal 371
Phenylbenzo-2,3-dihydro-3-hydroxy-γ-pyrone, Nachweis 464
Phenylbenzo-2,3-dihydro-γ-pyrone, Nachweis 464
Phenylboronsäure, Farbreaktion 345
p-Phenylendilithium, Bestimmung 149
Phenylessigsäure, Identifizierung 458
Phenylfluoron, zur Zinnbestimmung in Legierungen 201
Phenylhydrazinhydrochlorid, Bestimmung 153

1-Phenyl-5-mercapto-tetrazol, Reagens auf Zink 118
Phloroglucin, Nachweis 126
Pholcodin, Nachweis 398
Phosphat, Bestimmung 441; massenspektrometrische Analyse 452; schnelle chelatometrische Bestimmung im Anschluß an die Verbrennung nach SCHÖNIGER 46
Phosphatdünger, Bestimmung von Kupfer 67
Phosphatide, Analyse im Serum durch Chromatographie und Infrarotspektrophotometrie 215; Bestimmung in Arterien und Geweben 319
Phosphatlösung, Untersuchung anorganischer Phosphatlösungen 441
Phosphor, Bestimmung in Wasser 295; im Stahl mit dem Quantometer 60; in organischen Verbindungen 378; photometrische Bestimmung im Serum 213
Phosphore, Herabsetzung der Lumineszenzausbeute durch Spurenelemente 130
Phosphorpentoxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Phosphorsäure, Bestimmung im Kjeldahlaufschluß 412, 420
Phosphorsäureester, Nachweis auf Papierchromatogrammen 137
Phosphorsäureherstellung, Bestimmung von Sulfat 70
Phosphorsäurelösungen, Verhalten von Uran 257
Photochemie, Einfluß der Belichtung auf die Hochfrequenztitration 198
o-Phthaldialdehyd, Reagens auf Amine und Alkaloide 77
Phthaleinkomplexon, Indicator bei der Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 450
Phthalsäure, qualitativer Nachweis 151; Abtrennung 154
Phthalsäurediamid, Bestimmung 143
Phthalylsulfathiazol, Bestimmung 78
Phytol, Nachweis 229
Picoline, kryoskopische Bestimmung 307
Pilocarpin, Nachweis 398; Bestimmung 307
Pimelinsäurediäthylester, Bestimmung 141
Pinakryptolgelb, zum Nachweis von Arylsulfonsäuren 148
α-Pinen, Bestimmung in Terpentinen und anderen Gemischen 306
Plasma, Bestimmung von ionisiertem Magnesium 315; von anorganischer Phosphorsäure 418; von Chromspuren in Humanplasma 316; von ^{131}Jodaminosäuren 216; von Proteinen 219; von Cholsäure und Chenodesoxycholsäure im Menschenplasma 226; von Tocopherolen 231; Bestimmung von Mephenesin 237
Plasmagenerator, als Anregungsquelle in der Spektralanalyse 122
Plasmalogene, Analyse 237
Platin, Verwendung als Elektrodenmaterial zur Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Bestimmung in Erzen und Konzentraten 390; Mitfällung von Thallium 339; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105; auf die Luminescenz von Phosphoren 130
Plutonium, Bestimmung von Gasen 202; von Neptunium 202
Polarographie, Apparat mit automatischer Eliminierung des Meßzellenwiderstandes 285; Anwendungen 250, 257; Reinigung von Tetrabutylammoniumjodid für polarographische Zwecke 198; Einfluß von Sauerstoff auf das Wechselstrompolarogramm von Metallionen 198
Polyacrylester, Identifizierung 396
Polyäther, Hydroxylzahl 454
Polyäthylen, Eichung und Herstellung von Mikropipetten aus Polyäthylen 133
Polyäthylengefäße, Fehlerquellen bei der Verwendung 134
Poly-n-decylmethacrylat, Bestimmung 428
Polyester, Hydroxylzahl 454; Papierchromatographie 154
Polyesterharze, Bestimmung der freien Säuren 395
Polymerisate, Untersuchung eines Polymerisates aus Methylisopropylenketon, Butadien und Acrylnitril 394
Polymethacrylsäureester, Identifizierung 396
Polynitroverbindungen, Tüpfelteste 305
Polyoxymethylen, Bestimmung neben Formaldehyd 379
Polyphenyle, Analyse 381
Polysaccharide, Bestimmung von Glucose 462
Polystyrol, Abtrennung 160
Polyvinylacetat, Abtrennung 160
Polyvinylbutyrat, Abtrennung 160
Polyvinylchlorid, Abtrennung 160
Polyvinylnitril, Bestimmung von Stickstoff 448
Porphyrine, Bestimmung in Rohpetroleum 155; Trennung und Identifizierung von Abbauprodukten 382

Prednisolon, Abtrennung 228
Prednison, Abtrennung 228; Bestimmung im Gemisch mit Cortison 306
Preißelbeerblätter, Bestimmung von Arbutin 76
Probensammler, nach dem Cottrell-Prinzip für die Gaschromatographie 284
Procain, Nachweis 398
Progesteron, Bestimmung 224
Prolin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Propadien, Bestimmung von Spuren in Propen 157
Propadrin, Bestimmung 223
Propanol, Einfluß in der Flammenphotometrie 123
Propanole, relative Retentionsvolumina 6
Propen, Bestimmung von Propadienspuren 157
Propionaldehyd, relatives Retentionsvolumen 6
Propionaldehyddimethylacetal, relatives Retentionsvolumen 6
Proportionalzähler, zur Bestimmung von Tritium 359
n-Propylalkohol, Bestimmung 384
n-Propylbernsteinsäure-n-propyl-diäthylester, Bestimmung 141
Propylen-Äthylen-Copolymerisate, Analyse 160
Propylenglykol, Bestimmung der Polyester 454
Propylenoxyd, Bestimmung der Polyäther 454
Propylenpolymere, Massenspektrometrie 159
Propyljodid, Siedepunkt 420
Proteine, Bestimmung bei 210 nm 218; Chromatographische Abtrennung an Celite-Austauschern 218; Bestimmung in Plasma 219; Bestimmung des Disulfidgehaltes intakter Proteine 220
Proteinogramme, Auswertung der bei der Elektrophorese von Blutserum erhaltenen Proteinogramme 400
Pseudocholinesterase, Bestimmung im Serum 240
Psicofuranin, Bestimmung 399
Pulverförmige Stoffe, spektralanalytische Bestimmung 282
Purpureaglucoside, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Purpurin, Farbreaktion mit Scandium 288
Pyren, Farbreaktion 147; Analyse 382
Pyridin, Titration 200; Bestimmung von Wasser 280
Pyridinaldoxime, Schmelzpunkte und Reinigung 322
Pyridinderivate, qualitative und quantitative Bestimmung 321
1,(2-Pyridylazo)-2-naphthol, zur Bestimmung von Vanadium 371
Pyridyloxymethansulfosäuren, Schmelzpunkt und Reinigung 322
Pyrimidinnucleoside, Isolierung und Bestimmung der Zuckerkomponente 236
Pyrimidinnucleotide, Isolierung und Bestimmung der Zuckerkomponente 236
Pyrit, Bestimmung in Sulfiderzen 209
Pyrogallol, Verwendung zur Bestimmung von Tantal 293; Nachweis 126
Pyrohydrolyse, zur Fluoridbestimmung 444
Pyrophosphat, Bestimmung 420
2-Pyrrolidinon, Titration 200
Pyruvat, Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416

Quantitative organische Mikroanalyse (Roth) 43 [L]
Quantometer, Einsatz im Stahlwerk 60
Quarzfadenmikrowaage, Träger bei sehr kleinen Einwaagen 132
Quaternäre Ammoniumverbindungen, Untersuchung langkettiger quaternärer Ammoniumverbindungen 455
Quecksilber, Reaktion mit Isatinoxim 285; Bestimmung 197; Bestimmung neben Kupfer 286; Abtrennung von Beryllium 363; Mitfällung von Thallium 341; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Lumineszenz von Phosphoren 130
Quecksilber(I), Bestimmung mit alkalischem Permanganat 364
Quecksilber(II), Extraktion 86; Bestimmung kleiner Mengen 365
Quecksilber(II)-chloridlösung, zur Titration von Diäthyldithiocarbaminat bei der Schwefelkohlenstoffbestimmung 141
Quecksilber(II)-nitratlösung, zur Bestimmung von Cyanid 440
Quercetin, Nachweis 464

Racemische Verbindungen, chromatographische Spaltung 134
Radioaktive Stoffe, Behandlung in der Analyse 284
Radionuklide, zur Kontrolle des qualitativen Trennungsganges 336

Raffinose, Bestimmung 407
Ratten, Nachweis von Kalkablagerungen im Herzen 211; Isolierung der Gesamtcerebroside und Sulfatide aus Rattengehirnen 237; Analyse der Plasmalogene aus Herzgewebe 237
Reagentien, Kaliumfällungsmittel als Alkaloidreagentien 309
Reaktorabfallprodukte, Abtrennung des Urans von Aluminium, Thorium, Cer und Lanthan 368
Redoxindicator, N-Phenylanthranilsäure 130
Reduktionsgruppe, Mitfällung von Thallium 339
Reichsteins Compound S, Abtrennung 228
Reinstchrom, Bestimmung von Sauerstoff 58
Reserpin, alkalische Hydrolyse 313
Reserpinsäure, Nachweis 313
Resorcin, zur Bestimmung von Eisen(III) neben Eisen(II) 373
R_f-Werte, Unterscheidung von Flecken mit nahe beieinanderliegenden R_f-Werten 126
Rhabarberwurzel, Bestimmung von Anthracengruppen 74
Rhamnetin, Nachweis 464
Rhamnose, Trennung aus Gemischen 221
Rhenium, Bestimmung neben Molybdän 446
Rhizoma Rhei, Bestimmung von Anthracengruppen 74
Rhodamin B, Anwendung zur Bestimmung von Cadmium als Jodokomplex 287; zur Bestimmung von Antimon in Zink oder Zinkoxyd 202; Indicator bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure 199; Reaktionen mit Flavanonen und Flavanonolen 464
Rhodanatokomplex, zur Kobaltbestimmung 375
Rhodanid, Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) neben Rhodanid 446
Rhodium, Bestimmung in Uran-Rhodiumlegierungen 206
Rhodium-Uranlegierungen, Bestimmung von Rhodium 206
Ribose, Isolierung und Bestimmung 237
Ribose-Nucleinsäuren, Bestimmung von Phosphat 442
Rind, Analyse der Plasmalogene aus Herzgewebe 237
Rinderserum-Albumin, Bestimmung 285
Rivanol, Bestimmung in Substanz und in pharmazeutischen Zubereitungen 80
Robinetin, Nachweis 464
Röntgen-Emissionsspektralanalyse, Genauigkeit 124
Röntgen-Fluorescenzanalyse, Anwendungen 124, 283
Rohpetroleum, Bestimmung der Porphyrine 155
Rose bengal, Untersuchung 411
Rubidium, flammenphotometrische Bestimmung 437; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105

Saccharin, papierchromatographische Bestimmung von Verunreinigungen 398
Saccharose, Bestimmung 407
Säfte, Bestimmung von Glycerin 383
Säulenchromatographie, günstigste Arbeitsbedingungen bei säulenchromatographischen Trennungen 196
Säuren, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; massenspektrometrische Analyse 451; Bestimmung nicht konjugierter trans-Doppelbindungen 459; Bestimmung freier Säuren in Polyesterharzen 395; Analyse aromatischer Säuren 452
Safrol, Bestimmung in alkoholfreien Getränken 382
Salicylsäure, Bestimmung 143
Salpetersäure, Bestimmung 441
Salze, Identifizierung und Bestimmung der Reinheit 71; Analyse von Systemen, die wasserfreie Salze enthalten 285
Salzsäuregruppe, Mitfällung von Thallium 338
Sand, Bestimmung von Eisen 390
Saponit, Analyse 301
Sauerstoff, Bestimmung kleiner Mengen in Gasen 51; Nachweis in Elektrolytwasserstoff 125; kontinuierliche photometrische Bestimmung in Wasserstoff oder wasserstoffhaltigen Gasen 50; Bestimmung in verschiedenen Metallen und technischen Produkten 58; in Reinstmetallen 200; in Beryllium nach der Mikro-Vakuumaufschmelzmethode 55; in Reinstchrom 58; in Gußeisen 63; Einfluß auf das Wechselstrompolarogramm von Metallionen 198; Nachweis von Acetylen 125
Sauerstoff-Flasche, zur Verbrennung organischer Substanzen 43
Sauerstoffverbindungen, Nachweis aromatischer Sauerstoffverbindungen 463
Scandium, Farbreaktionen mit Hydroxyanthrachinonen und 1,1′-Dihydroxyazofarbstoffen 288

Schichtlänge, Einfluß der Länge der Rohrfüllung bei der Verbrennungsanalyse 175
Schilddrüsen, Bestimmung von Thyroidhormonen in Trypsinhydrolysat der Schilddrüsen von Mäusen 227
Schlacken, Bestimmung von Calciumoxyd und Siliciumdioxyd 69
Schmieröle, Bestimmung von Lösungsmittelverunreinigungen 157
Schwangere, Einfluß von Albumin auf die Bestimmung von Kestosteroiden im Harn 225
Schwefel, Minderbefunde bei der Bestimmung in Eisenwerkstoffen durch Verbrennung 205; Mikrobestimmung in organischen und anorganischen Sulfaten 47; Bestimmung in organischen Verbindungen 47, 378, 450; in Knoblauch 387
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung 141
Schwefelsäure, alkalimetrische Bestimmung freier Schwefelsäure in Kupferplattierungsbädern 210
Schwefelverbindungen, gaschromatographische Untersuchung 284
Schweine, Nachweis von Chinolinderivaten im Urin 235; Analyse der Plasmalogene aus Herzgewebe 237
Scoparein, Nachweis 464
Scopolamin, Nachweis 398; Bestimmung neben Hyoscyamin in Drogen 312
Scopoliadrogen, Trennung von Hyoscyamin und Scopolamin 312
Scuttelarein, Nachweis 464
Sebacinsäure, Abtrennung 154
Seebittersalze, Bestimmung von Kalium 355
Seewasser, Zerstörung von organischen Stoffen zur P- und N-Bestimmung 295
Seife, Bestimmung von Wasser 68
Selen, Bestimmung in Erzen 303; Bestimmung im biologischen Material 316; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von As, Sb, Ga, Te, Cu und Cd 298
Selen(IV), Extraktion 127
Selenit, Mitfällung von Thallium 341
Seltene Erden, Einfluß auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von Thorium neben Seltenen Erden in Erzen und Mineralien 65
Semicarbazidhydrochlorid, Bestimmung 153
Sepiolit, Analyse 301
Serin, Bestimmung 320
Serum, Bestimmung von Calcium und Magnesium 316; photometrische Bestimmung von Phosphor 213; Analyse langkettiger Fettsäuren in menschlichem Serum 214; Bestimmung von Harnsäure 236; von Eiweiß 219; von Proteinen bei 210 nm 218; von Haptoglobin 220; Analyse der Phosphatide durch Chromatographie und Infrarotspektrophotometrie 215; Bestimmung von Gesamtcholesterin 224; von Thyroidhormonen 227; von Pseudocholinesterase 240
Sexualhormone, Identitätsprüfung und Polymorphie 228
Sialinsäure, Bestimmung mit Thiobarbitursäure 238; Trennung aus Gemischen 221
Silber, Verwendung als Elektrodenmaterial bei der Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Reaktion mit Isatinoxim 285; Bestimmung 197; kleiner Mengen 361; Bestimmung durch potentiometrische Chromatographie 438; Titration 438; Bestimmung mit Kaliumjodid 362; Bestimmung neben Kupfer 286; neben Kupfer und anderen Elementen 362; Mitfällung von Thallium 338, 341; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf Kupferoxyd in der Elementaranalyse 22; auf die Calciumbestimmung 105; auf die Luminescenz von Phosphoren 130
Silberlote, Analyse 54
Silberpermanganat, Eigenschaften in der Elementaranalyse der thermischen Zersetzungsprodukte 24
Silberpermanganatlösung, Maßlösung zur Bestimmung von Chlorid und Oxalat 444
Silberreduktor, Verwendung in der chemischen Analyse 131
Silicate, Bestimmung von Bor 65; von Eisen 389
Silicatgesteine, Bestimmung von Lithium 64; Ausfällung von Mangan bei der Analyse 300
Silicatmineralien, Bestimmung von Wasser und Kohlendioxyd 300; Bestimmung von Eisen(II) 300
Silicium, Verhalten des Nitrids gegen Jod- und Brommethan 61; Bestimmung in Zirkonium 56; in Molybdänpulver 59; in Siliciumstählen 59; photocolorimetrische Bestimmung in Zirkon 208
Siliciumdioxyd, Bestimmung in Mineralien 208

Siliciumstähle, Bestimmung von Silicium 59
Siliciumtrioxyd, Bestimmung in dünnen Schichten 292
Sirupus Bromoformii, Bestimmung von Halogen 310
Sirupus Serpylli, Bestimmung von Halogen 310
β-Sitosterin, Nachweis 229
Skatol, Nachweis 126
Soda, Bestimmung von Wasser in kaustifizierter Soda 68
Sojabohnen, Einfluß der Belichtung auf das Polarogramm von Blättern 198
Sojabohnenöl, Analyse der Fettsäuren 385
Solvensmolekeln, Bestimmung komplexgebundener Solvensmolekeln 81
Sonnenblumensamenöl, Analyse der Fettsäuren 385
Sorbinsäureäthylester, Bestimmung der Hydroformylierungsprodukte 141
Spartein, Nachweis 398
Spektralanalyse, Plasmagenerator als Anregungsquelle 122; Standards 122; Probenvorbereitung 283; Analyse von pulverförmigen Substanzen, die kontinuierlich in die Funkenstrecke eingeblasen werden 282; Einfluß von Fremdelementen 123; Vermeidung des Zugabeverfahrens zur Bestimmung von Indium und Germanium in Erzen 207
Spektralphotometrie, Genauigkeit 123
Spektrographen, Anwendung in einem Edelstahlwerk 59
Spektrometer, Erfahrungen mit dem Gitterspektrometer 60; mit dem Spektrometer der Firma Leitz 60
Spektropolarimeter, Selbstbau eines Spektropolarimeters 196
Sphingomyelin, Bestimmung im Serum 215
Spot Tests in Inorganic Analysis (Feigl) 121 [L]
Spurenanalyse und ihre Anwendungen 122
Stärke, Bestimmung in pflanzlichem Material 158
Stahl, Untersuchung von Edelstählen mit dem Spektrometer 60; Freilegen von Oxydeinschlüssen nach dem Chlorvakuumverfahren 62; Bestimmung von Bor 204; von Aluminiumnitrid 61; von Kohlenstoff 62; von Silicium in Siliciumstählen 59; von Titan in Edelstählen 204; von Zirkonium in Chrom-Nickelstählen 404; von Phosphor mit dem Quantometer 60; von Vanadium 442; kleiner Mengen Vanadium 302; von Chrom 63; Analyse von Edelstahlproben auf Kobalt 375; Bestimmung von Nickel, Chrom, Molybdän und Niob in 18/8-Stählen 63
Stahlindustrie, Bestimmung des Fluorgehaltes von Beizbädern 61
Stahlwerk, Einsatz eines Quantometers 60
Statistik in der analytischen Chemie 122
Stearinsäure, Identifizierung 229, 458; Abtrennung 458
Stearinsäure-n-decylester, Bestimmung 428
Steelometer, zur Analyse von Metallen in Erzen und Flotationsrückständen 301
Sterilisierung, Kontrolle des Dichlordifluormethangehaltes 396
Sterine, Bestimmung freier Sterine in Arterien und anderen Geweben 319
Sterinester, Bestimmung in Arterien und anderen Geweben 319
Steroide, Auflösung der Infrarotspektren 223; Bestimmung im Harn 224
Steroidester, papierelektrophoretische Trennung synthetischer Steroidester 223
Stickstoff, Nachweis in Elektrolytwasserstoff 125; Bestimmung der Isotopenhäufigkeit in Ammoniakstickstoff 429; Bestimmung in Wasser 295; in Reinstmetallen 200; in Plutonium, Uran und Zirkonium 202; von Ammoniakstickstoff in Mischdüngern durch Titration mit Hypochlorit 115; in Petroleumfraktionen 156; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 448; Bestimmung im Kjeldahl-Aufschluß 420; anomale Reaktion von Glycin bei der Aminostickstoffbestimmung nach van Slyke 45; von Phenolen 449; von Indol 45
Stickstoffhaltige Basen, Bestimmung 307
Strömungsgeschwindigkeit, Einfluß auf die Verbrennungsanalyse 175
Strontium, statistische Untersuchung der röntgenfluorescenzspektrometrischen Bestimmung 124; Bestimmung in Molybdänpulver 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; auf die Calciumbestimmung 105, 108
Strospesid, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Strychnin, Nachweis 398; Bestimmung 309

Succinylcholinchloridlösungen, Gehaltsbestimmung 397
Succinylsulfathiazol, Bestimmung 78
Sulfaäthylthiodiazol, Bestimmung 78
Sulfachlorpyridazin, Bestimmung 78
Sulfamethylpyridazin, Bestimmung 78
Sulfamethylthiazol, Bestimmung 78
Sulfamethylthiodiazol, Bestimmung 78
Sulfamidobenzoesäuren, Bestimmung in Saccharin 398
Sulfat, Bestimmung bei der Phosphorsäureherstellung 70; Bestimmung in Superphosphat 70; komplexometrische Bestimmung in Bodenextrakten 68; Einfluß auf die Bestimmung von Beryllium und Zirkonium 173; Bestimmung von Schwefel in organischen und anorganischen Sulfaten 47
Sulfathiazol, Bestimmung 78
Sulfatide, Isolierung aus Rattengehirnen 237
Sulfatlösungen, Verhalten von Uran(VI) 251; Bestimmung von Uran 250
Sulfatocersäure, Darstellung 130
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in Weizenglutenen 386; in Hauthomogenaten 400
Sulfide, Identifizierung 454
Sulfiderze, Bestimmung von Magnetit, Pyrit und Chalkopyrit 209
Sulfonamide, papierelektrophoretische Trennung 78; Bestimmung in Blut und Harn 320
5′-Sulfo-2,4,2′-trihydroxyazobenzol, zur Bestimmung von Aluminium und Gallium 287
Superchrom-Garnet-Y, zur Bestimmung von Aluminium und Gallium 287
Superphosphat, Bestimmung von Sulfat 70
Sympathicomimetische Amine, Unterscheidung 78
Sympatol, Bestimmung 223
Systeme, Analyse von Systemen, die wasserfreie Salze enthalten 285

Tannin, Bestimmung des Reinheitsgrades 393
Tantal, Bestimmung mit Pyrogallol 293; Abtrennung von Niob 371; Bestimmung von Zirkonium 293; von Niob 203
Tantalcarbid, Bestimmung von Vanadium 241
Tantaloxyd, Bestimmung von Vanadium 241
Tantalsäure, Mitfällung von Thallium 337, 341
Tartrat, Einfluß auf die Phosphorsäurebestimmung 416
Taurocholsäure, Bestimmung 227
Technetium, polarographische Bestimmung als Pertechnetat 445
Technische Produkte, Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 68
Tee, Bestimmung von Fluor 386
Teeaufguß, Bestimmung von Fluor 386
Teer, Bestimmung von Arsen 392; Untersuchung aromatischer Kohlenwasserstoffe in Tieftemperatur-Teer 146
Tellur, Extraktion 127; polarographische Bestimmung in Kupferlegierungen 54; Bestimmung in Selen hoher Reinheit 298; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Terephthalsäure, Bestimmung der Reinheit 149; Bestimmung von Nitroterephthalsäure 456
Terpenalkohole, gaschromatographische Bestimmung 284
Terpentin, Bestimmung von α-Pinen 306
Terphenyle, Analyse 381
Terylen, Nachweis 463
Testosteron, Bestimmung 224
Tetraäthylblei, Bestimmung in Gasolin 156
Tetrabutylammoniumjodid, Reinigung für polarographische Zwecke 198
Tetrachlorkohlenstoff, Verwendung als Lösungsmittel für die Fettanalyse in Lebensmitteln 384; relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung von Wasser 278
Tetracyanoäthylen, als Sprühreagens auf aromatische Kohlenwasserstoffe 146
Tetrahydroxychinon, Identität mit dem Farbreagens Natriumrhodizonat 131
Tetraphenylarsoniumchlorid, Untersuchung auf Arsen 378
Tetraphenyloborat, zum Nachweis von Alkaloiden 398
Thallium, Verhalten im qualitativen Trennungsgang 336; Mitfällung in verschiedenen Analysengruppen 338; mit der Schwefelwasserstoffgruppe 340; durch Wolfram- und Tantalsäure 337; Bestimmung in Natriumjodidkristallen 69; in Mineralrohstoffen 302; in biologischem Material 211; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Thallium(I), Bestimmung 291; turbidimetrische Bestimmung 291
Thallium(III), Bestimmung 291
Theobromin, Bestimmung 80, 310; Abtrennung 310
Theophyllin, Bestimmung 80; Abtrennung 310

Thermowaage, automatisch registrierende Thermowaage 133
Thiobarbitursäure, zur Bestimmung von Sialinsäure 238
Thioglykolsäure, Bestimmung 142
Thiole, Bestimmung in intakten Proteinen 220
Thorin, Farbreagens zur Bestimmung von Thorium in Ilmenitsand 65
Thorium, Bestimmung mit Cyanoferrat(II) 161, 366; mit N-Benzoylphenylhydroxylamin 367; Abtrennung von Uran 368; konduktometrische Bestimmung in verdünnten Thoriumchloridlösungen 264; Bestimmung in Erzen und Mineralien 65; in Monazitsand 290; in Ilmenitsand 65; in Zirkon mit Arsenazo(III) 209; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
Thorium-Alizarin-Farblack, zur Bestimmung von Fluorid 443
Thoriumchlorid, konduktometrische Bestimmung von Thorium 264
Thoriumnitratlösung, zur Fluoridbestimmung 294
Threonin, Bestimmung 320
D-Threose, Bestimmung 461
Thymidin, Nachweis und Isolierung der Desoxyribose 237
Thymol, zur Identifizierung organischer Substanzen nach der Schmelzmethode 456
Thymolphthalexon, Indicator bei der Bestimmung von Mangan in Ferromangan 205
Thyreoglobulin, Abtrennung 227
Thyroidhormone, Bestimmung in Serum und in Geweben 227
Thyroxin, Bestimmung 216; Abtrennung 227
Tieftemperatur-Teer, Untersuchung aromatischer Kohlenwasserstoffe 146
Tierisches Gewebe, Bestimmung von Pesticid-Resten 389
Tinctura Belladonae, Gehaltsbestimmung 310
Tinctura Chinae, Gehaltsbestimmung 310
Tinctura Opii, Gehaltsbestimmung 310
Tinctura Strychni, Gehaltsbestimmung 310
Tinte, papierchromatographische Analyse 408
Titan, Bestimmung 292; rasche Bestimmung 366; Bestimmung neben großen Eisenmengen 369; Bestimmung in Titanborid, Titanchromborid und in metallischem Titan 55; in Zirkonium 56; in Edelstählen 204; in Tonmineralien 301; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105; auf die Aluminiumbestimmung in Mineralien 207; Analyse auf Gase 53; Bestimmung von Aluminium 55; von Thorium neben Titan in Erzen und Mineralien 65; von Sauerstoff 58
Titanborid, Bestimmung von Titan 55
Titancarbid, Bestimmung von Vanadium 241
Titanchromborid, Bestimmung von Titan 55
Titandioxyd, Bestimmung in Mineralien 208
Titanlegierungen, Analyse auf Gase 53; Bestimmung von Aluminium 55
Titanmetall, Bestimmung von Titan 55
Titanoxyd, Bestimmung von Vanadium 241; von Sauerstoff 58
Titantetrachlorid, Bestimmung von Vanadium 69
Titriergerät, für Titrationen mit Kaliumpermanganat 111
α-Tocopherolacetat, Nachweis 229
Tocopherole, Einfluß von Wasser auf die Bestimmung 388; Bestimmung im Plasma 231
p-Toluidide, zum Nachweis von Carboxylsäuren 457
Toluidine, Trennung der Isomeren 147
Toluol, Verwendung als Standard bei der massenspektrometrischen Analyse organischer Verbindungen 452; relatives Retentionsvolumen 6; massenspektrometrische Analyse 452; Bestimmung in Wachsen und Schmierölen 157
2,4-Toluoldiamin, Bestimmung 153
Toluolsulfonamide, Verteilung und Trennung der Isomeren 147; Bestimmung in Saccharin 398
m-Toluylendiamin, Nachweis 126
Tolylboronsäuren, Farbreaktion 345
3-o-Tolyloxy-1,2-propandiol, Bestimmung in Plasma und Harn 237
Tonmineralien, rasche Analyse 301
Trennungsgang, Kontrolle des qualitativen Trennungsganges mit Hilfe von Radionukliden 336
Triäthanolaminborat, Farbreaktion 345
Triäthylenglykol, Bestimmung in Mischungen 142
Tri-n-butylborat, Farbreaktion 345
Tributylphosphat, Bestimmung von Mono- und Dibutylphosphat 378
Trichloräthan, Lösungsmittel für die Fettanalyse in Lebensmitteln 384

Trichloräthylen, relatives Retentionsvolumen 6; Bestimmung von Wasser 278
Trichloressigsäure, Einfluß auf die Phosphorbestimmung 416
N-(Trichlormethylthio)-tetrahydrophthalimid, Bestimmung 396
Tridecylsäure, Identifizierung 458
Trihydroxycholansäure, Abtrennung 226
Trihydroxyfluoronderivate, zur Bestimmung von Antimon(III) 370
Triisopropanolaminborat, Farbreaktion 345
Trijodthyronin, Bestimmung 216; Abtrennung 227
3,4,5,-Trimethoxybenzoesäure, Nachweis 313
Trinitroverbindungen, Identifizierung durch Schmelzen mit Thymol 456
Tri-n-octylphosphinoxyd, zur Bestimmung von Thorium in Monazitsand 290
Triphenole, anomale Reaktion bei der Aminostickstoffbestimmung nach VAN SLYKE 449
Triphenylboronsäure-sorbitester, Farbreaktion 345
Triphenylen, Analyse 382
Triphenylmethanfarbstoffe, als Indicatoren für die Titration von Basen mit Perchlorsäure in Eisessig 199
2,4,6-Tripyridyl-s-triazin, zur Bestimmung von Eisen in Gesteinen 389
Tris-2-cyanoäthylamin, Titration 200
Tristri-n-butylammonium-12-wolframphosphat, bei der Bestimmung von Wofram 443
Trithione, polarographische Untersuchung 152
Tritium, Bestimmung 359, 377; mit dem Proportionalzähler 359
Tropacocain, Bestimmung 309
Tropanalkaloide, Bestimmung neben Morphin in pharmazeutischen Injektionslösungen 313
Trypsinhydrolysat, Bestimmung von Thyroidhormonen 227
Tryptamin, Bestimmung 223
Tryptophan, Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Tüpfelreaktionen, Spot Tests in Inorganic Analysis (FEIGL) 121 [L]
Tyramin, Bestimmung 223
Tyrosin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145

Undecylsaures Natrium, Bestimmung 285
Uran, Reaktion mit Isatinoxim 285; Polarographisches Verhalten in Phosphorsäurelösungen 257; in Sulfatlösungen 250; Verwendung organischer Farbstoffe zur Bestimmung 367; Fällung als Arsenat 290; Trennung von Aluminium, Thorium, Cer und Lanthan 368; Bestimmung neben Molybdän 28; Bestimmung in Mineralien 290; Einfluß auf die Calciumbestimmung 108; auf die Bestimmung von Aluminium in Mineralien 207; Bestimmung von Gasen 202; von Kohlenstoff 297; von Nickel 297
Uran(VI), Verhalten in Sulfatlösungen 251
Uran-Rhodiumlegierungen, Bestimmung von Rhodium 206
Uranyl, Einfluß auf die Calciumbestimmung 105
p-Ureido-benzolarsinsäure, Abtrennung 457
Urethan, Bestimmung 72
Uricase, zur Bestimmung von Harnsäure in Serum und Urin 236
Urin, Bestimmung von Calcium und Magnesium 316; reduzierender Zukker 406; Nachweis und Bestimmung von Phenothiazinen 147; Nachweis von Chinolinderivaten 235; Bestimmung von Harnsäure 236; Nachweis von Alkaloiden 308; Einfluß des Albumins auf die Ketosteroidbestimmung im Urin Schwangerer 225. — Siehe auch Harn
Uronsäuren, Einfluß von Aminosäuren auf die Anthronreaktion 145

n-Valeriansäure, Identifizierung 458
Valin, Bestimmung 320; Einfluß auf die Anthronreaktion von Uronsäuren 145
Vanadat, Reduktion im Silberreduktor 131
Vanadium, colorimetrische Bestimmung 371; spektralphotometrische Bestimmung 442; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung in Hartmetallen, Carbiden und Oxyden verschiedener Metalle 241; in Zirkonium 56; in Ferrovanadin 132; Erfassung kleiner Mengen in Erzen und Stählen 302; Bestimmung in Titantetrachlorid 69; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von Kobalt neben Vanadium 375

Vanadium(V), Extraktion 127
Vanadylion, zur coulometrischen Bestimmung von Permanganat 372
Verbrennungsanalyse, Einfluß der Schichtlänge und der Strömungsgeschwindigkeit 175
Vermiculit, Analyse 301
Verodoxin, Bestimmung im roten Fingerhut 73
Viktoriablau, Indicator bei der Titration von Basen mit Perchlorsäure 199
Vinyläther, massenspektrometrische Untersuchung 452; Bestimmung von Wasser 395
Vinylester, massenspektrometrische Untersuchung 452
Vinylgruppen, Bestimmung in Aminoäthylvinyläthern 137
Violaxanthin, Bestimmung 158
Vitamin A, Bestimmung in Ölen 387
Vitamin A-Acetat, Nachweis 229
Vitamin A-Alkohol, Nachweis 229
Vitamin B_1, Bestimmung in Gemischen 229
Vitamin B_{12}, Bestimmung in Gemischen 229
Vollblut, Bestimmung der Gesamtphosphorsäure 420

Wachse, Massenspektrometrie paraffinischer Wachse 159; Bestimmung von Lösungsmittelverunreinigungen 157
Wärmeleitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit binärer Gasmischungen bei gaschromatographischen Untersuchungen 125
Wärmeleitzellen, zu quantitativen Analysen in der Gaschromatographie 197
Walleberöl, Bestimmung von Vitamin A 387
Waschlösungen, Bestimmung von Lithium 64
Waschmittel, als Säulenmaterial in der Gaschromatographie 283
Wasser, Endpunktsbestimmung bei der Bestimmung nach Karl Fischer 360; Abtrennung von Methanol und Formaldehyd 4; Bestimmung in Silicat und Carbonatmineralien 300; in technischen Produkten mit Karl-Fischer-Reagens 68; in organischen Lösungsmitteln 269; in Vinyläthern 395; Analyse von Mineralwasser auf Beryllium 363; Bestimmung von Barium, Calcium und Magnesium und der Härte 295; Zerstörung von organischen Stoffen zur Bestimmung von Phosphor und Stickstoff in Fluß- und Seewasser 295; Bestimmung von Chlordioxyd 295; von Alkylbenzolsulfonaten in Fluß- und Abwasser 52; Bestimmung von Alkoholen neben viel Wasser an verschiedenen stationären Phasen 136. — Siehe auch Abwasser sowie Feuchtigkeit, Fluß- und Seewasser
Wasserfreie Salze, Analyse von Systemen, die wasserfreie Salze enthalten 285
Wasserstoff, Bestimmung in Reinstmetallen 200; nach automatischer Verbrennung in organischen Substanzen 448; Verhältnis zu Kohlenstoff in Kohlenwasserstoffen 136; Nachweis von Verunreinigungen 125; kontinuierliche Bestimmung kleiner Sauerstoffgehalte 50
Wasserstoff-3, Bestimmung 377
Wasserstoffatome, Umordnung bei der massenspektrometrischen Analyse 452
Wasserstoffhaltige Gase, Bestimmung von Kohlenmonoxyd 50; kontinuierliche Bestimmung kleiner Mengen Sauerstoff 50
Wein, Erkennung naturreiner Weine mit Hilfe des K-Wertes 383; Bestimmung von Kohlendioxyd 383; von Glycerin 383
Weinbrand, siehe Branntwein
Weinsäure, Identifizierung 458; Bestimmung 143; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193
Weizen, Einfluß der Belichtung auf das Hochfrequenzpolarogramm von Weizen 198
Weizenglutene, Bestimmung von Sulfhydrylgruppen 386
Wirbellose, Analyse der Plasmalogene aus Herzgewebe 237
Wismut, Bestimmung 197, 293; mit Kaliumcyanoferrat(II) 370; Bestimmung neben Blei und Zink 369; Bestimmung in Zirkoniummetall 298; neben Uran in Mineralien 291; Mitfällung von Thallium 340, 341; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105, 107; Bestimmung von Thallium(III) neben Wismut 292
Wolfram, Verwendung als Elektrodenmaterial bei der Bestimmung von Arsen und Antimon 442; Bestimmung als Tristri-n-butyl-ammonium-12-wolframphosphat 443; Bestimmung in Molybdän 203; in Molybdänpulver 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105
Wolframcarbid, Bestimmung von Vanadium 241

Wolfram-Nickellegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 58
Wolframoxyd, Bestimmung von Cadmium 287; von Vanadium 241
Wolframsäure, Mitfällung von Thallium 337, 341
Wollkeratin, Analyse auf Aminosäuren 304

Xanthurensäure, Nachweis im Urin 235
m-Xylol, Bestimmung von 2-Nitro-m-Xylol 456
p-Xylol, Bestimmung von α-Nitro-p-Xylol 456; von Nitrodurol 456
Xylole, Trennung der Isomeren 147
Xylose, Bestimmung 407, 461

Yohimbin, Bestimmung mit o-Phthaldialdehyd 77
Ytterbium, Bestimmung neben großen Mengen Erbium 289

Zimtsäure, Identifizierung 458
Zink, 1-Phenyl-5-mercapto-tetrazol als Reagens 118; statistische Untersuchung der röntgenfluorescenzspektrometrischen Bestimmung 124; polarographische Bestimmung 198; Abtrennung von Beryllium 363; Bestimmung neben Blei 369; Bestimmung in Silberloten 54; in Zirkoniummetall 298; in Nickel hoher Reinheit 206; in Erzen und Flotationsrückständen 301; in Mineralrohstoffen 302; Bestimmung des Gesamtzinkgehaltes in Lithopone 210; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105; Bestimmung von Blei und Wismut neben Zink 369; von Antimon 202; von Nickel neben Zink 95
Zink-65, Bestimmung der Gammaaktivität 127
Zink-Kupferlegierungen, Analyse 296
Zinkoxyd, Bestimmung in Lithopone 210; Bestimmung von Antimon 202
Zinkuranylacetat, bei der Bestimmung von Natrium 1
Zinn, Bestimmung mit Kupferron 440; Bestimmung in Kupfer- und Bleilegierungen 201; in Zirkonium 56; in Zircaloy-2 57; in Molybdänpulver 59; Einfluß auf die Kupferbestimmung 193; auf die Calciumbestimmung 105, 107
Zinn(II), zur coulometrischen Titration von Kupfer(II) 286
Zinn(IV), Reduktion im Silberreduktor 132; Extraktion 127
Zircaloy-2, Analyse auf verschiedene Metalle 57
Zirkon, Bestimmung von Thorium mit Arsenazo III 209; von Silicium 208
Zirkonium, Beiträge zur analytischen Chemie 403; Verwendung organischer Farbstoffe zur Bestimmung 367; Bestimmung mit Chromotrope 2C 170; Bestimmung neben Niob und Tantal 293; Bestimmung in Legierungen 403; in Gemischen von Oxyden 292; Einfluß auf die Calciumbestimmung 105; auf die Bestimmung von Aluminium in Mineralien 207; Bestimmung von Gasen 202; von Zink, Cadmium, Molybdän und Wismut in Zirkoniummetall hoher Reinheit 298; von Thorium neben Zirkonium in Erzen und Mineralien 65; von Hafnium in Zirkonium 203; von Nitrat in Gegenwart von Zirkonium 441; von Sauerstoff 58
Zirkonium(IV), Bestimmung von Kobalt neben Zirkonium(IV) 375
Zirkoniumlegierungen, Analyse auf verschiedene Metalle 57
Zirkoniummetall, spektrometrische Analyse 56
Zirkoniumoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 58
Zonenelektrophorese, Anwendung von Agar-Gel 284
Zucker, infrarotspektroskopische Untersuchung 283; papierchromatographische Bestimmung durch Besprühen mit Anilinphthalat 461; Bestimmung mit alkalischer Kupferlösung 144; Unterscheidung von Zuckeralkoholen 144; Bestimmung in Extrakten von Blüten 392; von reduzierenden Zukkern in Urin 406; Bestimmung in Glykoproteiden 221
Zuckeralkohole, Unterscheidung von Zuckern 144
Zuckerkomponente, Isolierung und Bestimmung von Pyrimidinnucleosiden und Pyrimidinnucleotiden nach Reduktion 236
Zugabeverfahren, zur Bestimmung von Indium und Germanium in Erzen 207
Zwischenprodukte, Bestimmung von 5-Acetylamino-1,3,4-thiadiazol-2-sulfochlorid 394